

中华人民共和国国家标准

水中铯-137 放射化学分析方法

Radiochemical analysis of
cesium-137 in water

UDC 628.54

:543.06

GB 6767—86

1 适用范围和应用领域

本方法适用于饮用水、地面水和核工业排放废水中铯-137 的分析。测定范围： $10^{-2} \sim 10$ Bq/L ($10^{-12} \sim 10^{-9}$ Ci/L)。干扰测定：水样中铵离子浓度超过 0.1 mol/L 时，使磷钼酸铵对铯的吸附量显著下降。

2 原理

水样中定量加入稳定铯载体，在硝酸介质中用磷钼酸铵吸附分离铯，氢氧化钠溶液溶解磷钼酸铵，在柠檬酸和乙酸介质中以碘铯酸铯沉淀形式分离纯化铯，以低本底 β 射线测量仪进行计数。

3 试剂

所有试剂，除特别申明者外，均为分析纯，水为蒸馏水。试剂及水的放射性纯度必须保证空白样品测得的计数率不超过探测仪器本底的统计误差。

3.1 磷钼酸铵：将 8 g 磷酸氢二铵溶解于 250 ml 水中，此溶液与 50 ml 溶解有 10 g 硝酸铵和 30 ml 浓硝酸的溶液相混合，加热至 50°C 左右，搅拌下缓慢加入 50 ml 内含 70 g 钼酸铵的溶液。冷却至室温。倾去上层清液，用布氏漏斗抽吸过滤。依次用 100 ml 5% 硝酸溶液和 50 ml 无水乙醇洗涤，室温避光下风干，保存于棕色瓶中。

3.2 碘铯酸钠溶液：将 20 g 碘化铯溶于 48 ml 水中，加入 20 g 碘化钠和 2 ml 冰乙酸，搅拌，不溶物用快速滤纸滤出。滤液保存于棕色瓶中。

3.3 铯载体溶液（约 20 mgCs/ml）：

3.3.1 配制：称取 25.34 g 氯化铯溶于水中，加入 5~10 滴浓盐酸，转移入 1 000 ml 容量瓶中，用 0.1 mol/L 的盐酸溶液稀释至标线。

3.3.2 标定：取四份 2.00 ml 铯载体溶液（3.3.1），分别放入锥形瓶中，加入 1 ml 硝酸和 5 ml 高氯酸。加热蒸发至冒出浓白烟，冷却至室温。加入 15 ml 无水乙醇，搅拌，置于冰水浴中冷却 10 min。将高氯酸铯沉淀抽滤于已恒重的 G4 玻璃砂芯漏斗中，用 10 ml 无水乙醇洗涤沉淀，于 105°C 烘箱中干燥 15 min，冷却，称至恒重。

3.4 氢氧化钠溶液（2 mol/L）。

3.5 柠檬酸溶液：30%（m/m）。

3.6 冰乙酸：浓度 99%（m/m）。

3.7 无水乙醇：含量不少于 99.5%（m/m）。

3.8 硝酸：浓度 65.0%~68.0%（m/m）。

3.9 硝酸溶液：1.0 mol/L。

3.10 硝酸-硝酸铵混合溶液：将 2 mol/L 的硝酸溶液和 0.2 mol/L 的硝酸铵溶液等体积混合。

3.11 铯-137 标准溶液，约 1 000 dpm/ml。

4 仪器

- 4.1 低本底 β 射线测量仪。
- 4.2 分析天平，感量 0.1 mg。
- 4.3 烘箱。
- 4.4 可拆卸式漏斗。
- 4.5 G4 玻璃砂芯漏斗。

5 仪器的刻度

5.1 用于测量铯-137 活度的计数器必须进行刻度，即确定测量装置对已知活度的铯-137 的响应，它可用探测效率来表示。其方法是：

5.1.1 铯-137 探测效率-重量曲线的绘制：取四个 50 ml 烧杯，分别加入 0.40、0.60、0.80、1.00 ml 铯载体溶液（3.3），各加入同量已知强度的铯-137 标准溶液（3.11），置于冰水浴中，各加入 2 ml 冰乙酸（3.6）和 2.5 ml 碘铋酸钠溶液（3.2）。以下操作按 6.8~6.10 进行。所制标准源应与样品源大小相同。将四个标准源所得计数率分别除以经过铯的化学回收率校正后的铯-137 的衰变率，即得探测效率。在普通坐标纸上绘制探测效率-重量曲线。

5.1.2 在测量盘内均匀滴入一定量的铯-137 标准溶液（3.11），在红外灯下烘干，制成与样品源相同大小的参考源。在刻度仪器效率时，同时测定铯-137 参考源的计数率。在常规分析中应当用铯-137 参考源来检查仪器的效率是否正常。

6 操作步骤

- 6.1 取 1~100 L 水样，以硝酸（3.8）调节至 $\text{pH} < 3$ ，加入 1.00 ml 铯载体溶液。
- 6.2 按每 5 L 水样 1 g 的比例加入磷钼酸铵（3.1），搅拌 30 min，放置澄清 4 h 以上。
- 6.3 虹吸弃去上清液，剩余溶液转入 G4 玻璃砂芯漏斗半抽滤，用硝酸溶液（3.9）洗涤容器，将全部沉淀转入漏斗，弃去滤液。
- 6.4 用氢氧化钠溶液（3.4）（按 1 g 磷钼酸铵约 10 ml 之比）溶解沉淀，抽滤，滤液转入 400 ml 烧杯。用水稀释至约 300 ml。加入与 6.1 中所加磷钼酸铵等量的固体柠檬酸，搅拌溶解后加入 10 ml 硝酸（3.8）。
- 6.5 加入 0.8 g 磷钼酸铵（3.1），搅拌 30 min，沉淀转入 G4 玻璃砂芯漏斗抽滤。用 40 ml 硝酸-硝酸铵混合溶液（3.10）洗涤沉淀，弃去滤液。
- 6.6 用 10 ml 氢氧化钠溶液（3.4）溶解漏斗中的磷钼酸铵，抽滤，用 10 ml 水洗涤漏斗，滤液与洗涤液收集于抽滤瓶内的 25 ml 试管中。将收集液转入 50 ml 烧杯，加入 5 ml 柠檬酸溶液（3.5）。
- 6.7 溶液在电炉上小心蒸发至 5~8 ml，冷却后置于冰水浴中，加入 2 ml 冰乙酸（3.6）和 2.5 ml 碘铋酸钠溶液（3.2），用玻璃棒擦壁搅拌 3 min，碘铋酸铯沉淀生成后继续在冰水浴中静置 10 min。
- 6.8 将沉淀转入垫有已恒重滤纸的可拆卸式漏斗中抽滤。用冰乙酸（3.6）洗至滤液无色，再用 10 ml 无水乙醇（3.7）洗涤一次，弃去滤液。
- 6.9 将碘铋酸铯沉淀连同滤纸在 110°C 烘干，称至恒重，以 $\text{Cs}_3\text{Bi}_2\text{I}_9$ 形式计算铯的化学回收率。
- 6.10 将沉淀同滤纸置于测量盘内，在低本底 β 测量仪上计数。
- 6.11 测量铯-137 参考源的计数。

7 计算

按下式计算水样中铯-137 的放射性浓度 A_v ：

$$A_v = \frac{N \cdot J_0}{K \cdot E_t \cdot V \cdot Y \cdot J}$$

式中： A_v ——水中铯-137 的放射性浓度，Bq/L（或 Ci/L）；

N ——样品源净计数率，cpm；

J_0 ——刻度测量仪器的探测效率时测得的铯-137 参考源的净计数率，cpm；

K ——转换系数。当 A_v 以 Bq/L 表示时， $K=60$ （当 A_v 以 Ci/L 表示时， $K=2.22 \times 10^{12}$ ）；

E_t ——仪器探测效率，由铯-137 探测效率-重量曲线中查出；

V ——水样体积，L；

Y ——铯的化学回收率；

J ——样品测量时铯-137 参考源的净计数率，cpm。

8 分析误差

本方法分析铯-137 浓度为 1Bq/L (3×10^{-11} Ci/L) 的水样最大误差小于 10%，同一实验室变异系数小于 10%。

附录 A

正确使用标准的说明

(参考件)

- A.1 样品中如有铯-134、铯-136、铯-138 存在时,必须用低本底 γ 谱仪进行铯-137 的测定。
- A.2 当水样中存在放射性碘时,除可用低本底 γ 谱仪测量铯-137 的计数外,尚可在操作步骤 6.4 之后向溶液中加入 20 mg 碘载体,将溶液加热至近沸,加入 3~5 ml 10% 的硝酸银溶液,煮沸使碘化银凝聚,当上层清液澄清透明后,停止加热。冷却至室温,滤去沉淀。滤液按 6.5 继续分析。
- A.3 加入磷钼酸铵搅拌下吸附铯时,如发现磷钼酸铵由黄变为蓝绿色时,可加入几滴饱和高锰酸钾溶液,使磷钼酸铵保持黄色。
- A.4 若水样体积小于 5 L,可省去步骤 6.2~6.4。
- A.5 按下式计算样品计数的时间 t_c (min):

$$t_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c \cdot N_b}}{N^2 \cdot E^2}$$

式中: N_c ——样品源加本底的计数率, cpm;

N_b ——本底计数率, cpm;

N ——样品源净计数率, cpm;

E ——预定的相对标准误差。

附加说明:

本标准由中华人民共和国核工业部提出。

本标准由核工业部辐射防护研究所负责起草。

本标准主要起草人沙连茂、郭琨、王治惠、赵敏。