



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 815-2016

代替 GB 6766-86、GB 6764-86、GB 6765-86 和 GB 11222.1-89

水和生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法

Radiochemical analysis of strontium-90 in water and ash of biological samples

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2016-10-12 发布

2016-11-01 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法.....	1
3.1 方法原理.....	1
3.2 试剂和材料.....	1
3.3 仪器和设备.....	3
3.4 样品的采集和保存.....	4
3.5 分析步骤.....	4
4 发烟硝酸沉淀法.....	6
4.1 方法原理.....	6
4.2 试剂和材料.....	7
4.3 仪器和设备.....	8
4.4 样品的采集和保存.....	8
4.5 分析步骤.....	8
5 离子交换法.....	9
5.1 方法原理.....	9
5.2 试剂和材料.....	10
5.3 仪器和设备.....	11
5.4 样品的采集和保存.....	11
5.5 分析步骤.....	11
6 仪器刻度.....	12
7 结果计算.....	13
8 方法验证.....	14
8.1 空白实验.....	14
8.2 精密度.....	15
附录 A（资料性附录）钷-90 的衰变与生长因子.....	16
附录 B（资料性附录）关于实施标准的补充说明.....	18

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国放射性污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定水和生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法。

本标准是对《水中锶-90 的放射化学分析方法 二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法》（GB 6766-86）、《水中锶-90 的放射化学分析方法 发烟硝酸沉淀法》（GB 6764-86）、《水中锶-90 的放射化学分析方法 离子交换法》（GB 6765-86）、《生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法 二-（2-乙基己基）磷酸酯萃取色层法》（GB 11222.1-89）四项标准的整合修订，所采用的分析方法原理与原标准基本一致。

《水中锶-90 的放射化学分析方法 二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法》（GB 6766-86）首次发布于 1986 年，原标准起草单位为核工业部辐射防护研究所；《水中锶-90 的放射化学分析方法 发烟硝酸沉淀法》（GB 6764-86）首次发布于 1986 年，原标准起草单位为国营八二一厂、核工业部辐射防护研究所和中国原子能研究院；《水中锶-90 的放射化学分析方法 离子交换法》（GB 6765-86）首次发布于 1986 年，原标准起草单位为西南核物理和化学研究所、核工业部辐射防护研究所、中国原子能研究院；《生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法 二-（2-乙基己基）磷酸酯萃取色层法》（GB 11222.1-89）首次发布于 1989 年，原标准起草单位为中国辐射防护研究院。本次为第一次修订。修订的主要内容如下：

- 对四项原标准进行了整合，合并为一项标准；
- 增加了对空白实验的要求；
- 对原标准方法中部分内容表述进行了修订。

本标准自实施之日起，原国家环境保护局 1986 年 9 月 4 日批准、发布的三项国家环境保护标准《水中锶-90 的放射化学分析方法 二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法》（GB 6766-86）、《水中锶-90 的放射化学分析方法 发烟硝酸沉淀法》（GB 6764-86）和《水中锶-90 的放射化学分析方法 离子交换法》（GB 6765-86），以及原国家环境保护局 1989 年 3 月 16 日批准、发布的一项国家环境保护标准《生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法 二-（2-乙基己基）磷酸酯萃取色层法》（GB 11222.1-89）废止。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部核设施安全监管司、科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：环境保护部辐射环境监测技术中心（浙江省辐射环境监测站）。

本标准环境保护部 2016 年 10 月 12 日批准。

本标准自 2016 年 11 月 01 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水和生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法

1 适用范围

本标准规定了测定水和生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法。

本标准中的二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法适用于水和动、植物灰中锶-90 的测定；发烟硝酸沉淀法和离子交换法适用于水中锶-90 的测定。

本方法的测量范围为：水中锶-90 的活度浓度为 10^{-2} ~ 10 Bq/L，动、植物灰中锶-90 的活度为 10^{-1} ~ 10 Bq。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB/T 6379	测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）
HJ 493	水质采样样品的保存和管理技术规范
HJ/T 61	辐射环境监测技术规范

3 二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法

3.1 方法原理

样品中锶-90 的活度根据与其处于放射性平衡的子体核素钇-90 的活度来确定。

3.1.1 快速法：样品经预处理，调节酸度后，其溶液通过涂有二-（2-乙基己基）磷酸（简称 HDEHP）的聚三氟氯乙烯（简称 kel-F）色层柱吸附钇，再以 1.5mol/L 硝酸淋洗色层柱，洗脱钇以外的其他被吸附的锶、铯、铊、钍等离子，并以 6mol/L 硝酸解吸钇，以草酸钇沉淀的形式进行 β 计数和称重。

3.1.2 放置法：样品的前处理方法与快速法同。调节溶液酸度后，通过 HDEHP-kel-F 色层柱，除去钇、铁和稀土等元素。将流出液放置 14d 以上，使钇-90 与锶-90 达到放射性平衡，再次通过色层柱，分离和测定钇-90。

3.2 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度

HJ 815-2016

的水。试剂中放射性物质的活度应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。

3.2.1 二-(2-乙基己基)磷酸 ($C_{16}H_{35}O_4P$): 化学纯, 含量不少于 95%, $\rho = 0.969 \sim 0.975 \text{g/mL}$ 。

3.2.2 正庚烷 (C_7H_{16}): $\rho = 0.681 \sim 0.687 \text{g/mL}$ 。

3.2.3 聚三氟氯乙烯粉 (kel-F): 60~100 目。

3.2.4 硝酸: 质量分数为 65.0%~68.0%。

3.2.5 过氧化氢: 质量分数不低于 30%。

3.2.6 草酸。

3.2.7 无水乙醇: 质量分数不低于 95%。

3.2.8 盐酸: 质量分数为 36.0%~38.0%。

3.2.9 精密试纸: $\text{pH} = 0.5 \sim 5.0$ 。

3.2.10 氢氧化铵 (或氨水): 质量分数为 25.0%~28.0%。

3.2.11 氢氧化铵 (或氨水): 无二氧化碳。

3.2.12 硝酸: (1+1.5)。

3.2.13 硝酸: (1+9)。

3.2.14 硝酸: $c = 0.1 \text{mol/L}$ 。

3.2.15 碳酸铵。

3.2.16 饱和碳酸铵溶液。

3.2.17 饱和草酸溶液

称取 110g 草酸溶于 1L 水中, 稍许加热, 不断搅拌, 冷却后置于试剂瓶中。

3.2.18 草酸溶液: 质量分数为 0.5%。

3.2.19 王水: 将盐酸 (3.2.8) 与硝酸 (3.2.4) 按体积比 3:1 混合。

3.2.20 HDEHP-正庚烷溶液: 将 HDEHP (3.2.1) 与正庚烷 (3.2.2) 按体积比 1:4 混合。

3.2.21 盐酸: (1+5)。

3.2.22 盐酸: $c = 0.1 \text{mol/L}$ 。

3.2.23 锶载体溶液 (约 50mg Sr/mL)

3.2.23.1 配制方法: 称取 153g 氯化锶 ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶解于硝酸 (3.2.14) 中, 转入 1L 容量瓶内, 并用硝酸 (3.2.14) 稀释至刻度。

3.2.23.2 标定方法: 取 4 份 2.00mL 锶载体溶液 (3.2.23.1) 分别置于烧杯中, 加入 20mL 水, 用氢氧化铵 (3.2.10) 调节溶液 pH 至 8.0, 加入 5mL 饱和碳酸铵溶液 (3.2.16), 加热至将近沸腾, 使沉淀凝聚、冷却。用已称重的 G4 玻璃砂芯漏斗抽吸过滤, 用水和无水乙醇 (3.2.7) 各 10mL 洗涤沉淀。在 105℃ 烘干 1h。冷却, 称重, 直至恒重。

3.2.24 锶标准溶液（约 100 $\mu\text{g Sr/mL}$ ）

准确移取 1.00mL 锶载体溶液（3.2.23）至 500mL 容量瓶中，用硝酸（3.2.14）稀释至刻度。

3.2.25 钇载体溶液（约 20mg Y/mL）

3.2.25.1 配制方法：称取 86.2g 硝酸钇 $[\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 加热溶解于 100mL 硝酸（3.2.12）中，转入 1L 容量瓶内，用水稀释至刻度。

3.2.25.2 标定方法：取 4 份 2.00mL 钇载体溶液（3.2.25.1）分别置于烧杯中，加入 30mL 水和 5mL 饱和草酸溶液（3.2.17），用氢氧化铵（3.2.10）调节溶液 pH 至 1.5。在水浴中加热，使沉淀凝聚。冷却至室温。沉淀过滤在置有定量滤纸的三角漏斗中，依次用水、无水乙醇（3.2.7）各 10mL 洗涤。取下滤纸置于瓷坩埚中，在电炉上烘干，炭化后，置于 900 $^{\circ}\text{C}$ 马福炉中灼烧 30min。在干燥器中冷却。称重，直至恒重。

3.2.26 锶-90-钇-90 标准溶液（约 10Bq/mL）：在 0.1mol/L 的硝酸介质中。

3.2.27 镧溶液：质量分数为 5%

将 15.5g 硝酸镧 $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中，加入几滴硝酸（3.2.4），转入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

3.3 仪器和设备

3.3.1 低本底 β 测量仪。

3.3.2 分析天平，可读性 0.1mg。

3.3.3 原子吸收分光光度计。

3.3.4 HDEHP-kel-F 色层柱（内径 8~10mm，高约 150mm）

色层粉的制备：称取 3.0g kel-F 粉（3.2.3）放入 50mL 烧杯中，加入 5.0mL HDEHP-正庚烷溶液（3.2.20）反复搅拌，放置 10h 以上。在 80 $^{\circ}\text{C}$ 下烘至呈松散状。

装柱：色层柱的下部用玻璃棉填充，关紧活塞。将上述制备好的色层粉用硝酸（3.2.14）移入柱内。打开活塞，让色层粉自然下沉。柱内保持一定的液面高度。备用。

注：每次使用后用 50mL 硝酸（3.2.12）洗涤柱子，流速为 1mL/min。用水洗涤至流出液的 pH 为 1.0。

3.3.5 可拆卸式漏斗。

3.3.6 烘箱。

3.3.7 马福炉。

3.3.8 离心机，最大转速 4000r/min，容量 100mL \times 4。

3.3.9 一般实验室常用仪器。

3.4 样品的采集和保存

按照 HJ 493 和 HJ/T 61 中的相关规定进行样品的采集和保存。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品的前处理

水样

3.5.1.1 取水样 1~50L，用硝酸调节 pH=1.0，加入 2.00mL 锶载体溶液（3.2.23）和 1.00mL 钇载体溶液（3.2.25），钙含量少的样品，应加入适量钙。用氨水调节 pH 至 8~9，搅拌下每升水样加入 8g 碳酸铵。水样加热至接近沸腾，使沉淀凝聚，取下冷却，静置过夜。

3.5.1.2 用虹吸法吸去上层清液，将余下部分离心，或者在布式漏斗中通过中速滤纸过滤，用质量分数为 1%碳酸铵溶液洗涤沉淀。弃去清液。沉淀转入烧杯中，逐滴加入 6mol/L 硝酸至沉淀完全溶解，加热，滤去不溶物。滤液用氨水调节 pH 至 1.0。

生物灰样

3.5.1.3 称取 5~30g 灰样，准确到 0.01g，置于 100mL 瓷坩埚内，加入 2.00mL 锶载体溶液（3.2.23）和 1.00mL 钇载体溶液（3.2.25）。用少许水润湿后，加入 5~10mL 硝酸（3.2.4），3mL 过氧化氢（3.2.5）。置于电热板上蒸干。移入 600℃马福炉中灼烧至试样无炭黑为止。

3.5.1.4 取出试样，冷却至室温。用 30~80mL 盐酸（3.2.21）加热浸取两次。经离心或过滤后，浸取液收集于 250mL 烧杯中。再用盐酸（3.2.22）洗涤不溶物和容器。离心或过滤。洗涤液并入浸取液中。弃去残渣。

3.5.1.5 加入 5~15g 草酸（3.2.6），用氢氧化铵（3.2.10）调节溶液的 pH 至 3。在水浴中加热 30min。冷却至室温。

3.5.1.6 用中速滤纸过滤沉淀，用 20mL 草酸溶液（3.2.18）洗涤沉淀两次。弃去滤液。将沉淀连同滤纸移入 100mL 瓷坩埚中，在电炉上烘干，炭化后，移入马福炉保持在 600℃中灼烧 1h。

3.5.1.7 取出坩埚，冷却。先用少量硝酸（3.2.12）溶解沉淀，直至不再产生气泡为止。再加入 40mL 硝酸（3.2.13）使沉淀完全溶解。溶解液用慢速滤纸过滤，滤液收集于 150mL 烧杯中，用硝酸（3.2.13）洗涤沉淀和容器，洗涤液经过滤后合并于同一烧杯中，弃去残渣。滤液体积控制在 60mL 左右。

3.5.2 样品的分离纯化

快速法

3.5.2.1 溶液以 2mL/min 流速通过 HDEHP-kel-F 色层柱（3.3.4）。记下从开始过柱至过柱完毕

的中间时刻，作为锶、钇分离时刻。

3.5.2.2 流出液收集于 150mL 烧杯中。用 40mL 硝酸（3.2.13）以 2mL/min 流速淋洗色层柱，收集前面的 10mL 流出液合并于同一个 150mL 烧杯中。保留该流出液（称为流出液 A）供放置法用。弃去其余流出液。

3.5.2.3 用 30mL 硝酸（3.2.12）以 1mL/min 流速解吸钇，解吸液收集于 100mL 烧杯中。

3.5.2.4 向解吸液加入 5mL 饱和草酸溶液（3.2.17），用氢氧化铵（3.2.10）调节溶液 pH 至 1.5~2.0，水浴加热 30min，冷却至室温。

3.5.2.5 在铺有已恒重的慢速定量滤纸的可拆卸式漏斗上抽吸过滤。依次用草酸溶液（3.2.18）、水和无水乙醇（3.2.7）各 10mL 洗涤沉淀。

3.5.2.6 沉淀在 45~50℃ 下干燥至恒重。按草酸钇[Y₂(C₂O₄)₃·9H₂O]的分子式计算钇的化学回收率。只进行试样的快速法测定时，放置法步骤可以省去。

放置法

3.5.2.7 使用由本标准 3.5.2.2 步骤得到的流出液 A，用氢氧化铵（3.2.10）调节 pH 至 1.0，以 2mL/min 流速通过 HDEHP-kel-F 色层柱（3.3.4）。流出液收集于 100mL 容量瓶中，用 10mL 硝酸（3.2.14）淋洗色层柱，流出液并入同一容量瓶中。

3.5.2.8 向本标准 3.5.2.7 步骤中的容量瓶中加入 1.00mL 钇载体溶液（3.2.25），用硝酸（3.2.14）稀释至刻度。记下体积 V₀，取出 1.00mL 溶液（记下体积为 V₁）至 50mL 容量瓶中，保留此溶液（称为溶液 B）供本标准 3.5.2.9 步骤用。保留余下的溶液（称为溶液 C），供本标准 3.5.2.10 步骤用。

3.5.2.9 锶化学回收率的测定

3.5.2.9.1 向本标准 3.5.2.8 步骤保留的溶液 B 加入 3.0mL 镧溶液（3.2.27）和 1.0mL 硝酸（3.2.4），用水稀释至刻度。记下体积 V₂。在原子吸收分光光度计上测定其吸光值。

3.5.2.9.2 工作曲线的绘制：向 7 个 50mL 容量瓶中分别加入 0，2.50，5.00，10.0，15.0，20.0 和 25.0mL 锶标准溶液（3.2.24），分别加入 3.0mL 镧溶液（3.2.27），用硝酸（3.2.14）稀释至刻度。在原子吸收分光光度计上测定吸光值。以吸光值为纵坐标，锶浓度为横坐标，绘制工作曲线。

3.5.2.9.3 根据试样溶液的吸光值从工作曲线上查出锶浓度。按照公式（1）计算锶的回收量。

$$q = \frac{CV_0V_2}{1000V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

q——锶的回收量，mg；

HJ 815-2016

C ——从工作曲线上查得的锶浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V_0 ——3.5.2.8 中试样溶液稀释后的体积， mL ；

V_1 ——从 V_0 中吸取的溶液体积， mL ；

V_2 ——将 V_1 再次稀释后的体积， mL ；

1000——将微克变成毫克的转换系数。

3.5.2.9.4 按照公式 (2) 计算锶的化学回收率。

$$Y_{Sr} = \frac{q}{q_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

Y_{Sr} ——锶的化学回收率；

q_0 ——向试样中加入锶载体的量， mg ；

q ——公式 (1) 计算得到的锶的回收量， mg 。

3.5.2.10 将本标准 3.5.2.8 步骤得到的溶液 C 放置 14d 以上。然后以 2mL/min 流速通过色层柱 (3.3.4)。记下从开始过柱至过柱完毕的中间时刻，作为锶、钷分离时刻。用 40mL 硝酸 (3.2.13) 以 2mL/min 流速淋洗色层柱。弃去流出液。如果试样中锶-90 的活度较高，溶液 C 的放置时间可以少于 14d。

3.5.2.11 使用本标准 3.5.2.3~3.5.2.6 步骤规定的方法操作。如果只进行样品的放置法测定时，本标准 3.5.2.1~3.5.2.6 步骤可以省去。这时本标准 3.5.2.7 步骤中的流出液 A 由本标准 3.5.1.2 或 3.5.1.7 步骤得到的滤液代替。并且在本标准 3.5.1.1 或 3.5.1.3 步骤中不必加入钷载体溶液。

3.5.3 测量

3.5.3.1 将沉淀连同滤纸固定在测量盘上，在低本底 β 测量仪上计数。记下测量进行到一半的时刻。快速法按结果计算 7.2 的公式 (4) 计算锶-90 的含量，放置法按结果计算 7.2 的公式 (5) 计算锶-90 的含量。

3.5.3.2 测量锶-90-钷-90 检查源的计数率，以便检验测量仪器的探测效率是否正常。

4 发烟硝酸沉淀法

4.1 方法原理

用发烟硝酸沉淀法除去水样中钙和大部分其他干扰离子，用铬酸钡沉淀除去镭、铅和钷，用氢氧化铁沉淀除去其他裂变产物。放置 14d 后分离测量钷-90 的 β 计数，从而确定锶-90 的放射性活度浓度。

4.2 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度的水。试剂中放射性物质的活度应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。

4.2.1 铬黑 T 指示剂:称取 0.5g 铬黑 T 和 25g 氯化钾于玛瑙研钵体中磨细,装瓶置于干燥器中备用。

4.2.2 锶滴定液

称取 15.8290g 乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA 二钠),用 pH=10 的氨水溶液溶解,移入 1L 容量瓶中。再称取 0.2017g 镁粉(含量 99.9%以上)于烧杯中,滴加 1mol/L 盐酸使其完全溶解。将此溶液移入上述容量瓶中,用 pH=10 的氨水溶液稀释到标线。此溶液 1.00mL 相当于 3.00mg 锶。

4.2.3 锶载体溶液(约 50mg Sr/mL)

4.2.3.1 配制方法:称取 153g 氯化锶[$\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]溶解于 0.1mol/L 的硝酸溶液中并稀释至 1L。

4.2.3.2 标定方法:吸取四份 2.00mL 锶载体溶液(4.2.3.1)分别置于锥形瓶中,加入 50mL 水、5mL 1:3 三乙醇胺溶液、10mL pH10 缓冲溶液(4.2.13)和少许铬黑 T 指示剂(4.2.1),用锶滴定液(4.2.2)滴定至溶液由红色转变为蓝色。

4.2.4 EDTA 二钠溶液

称取 8.3746g EDTA 二钠,用氨水溶解,移入 1L 容量瓶中,用水稀释至标线。此溶液 1.00mL 相当于 2.00mg 钇。

4.2.5 锌滴定液

称取 1.4746g 锌片(含量 99.9%以上)溶于 1:1 盐酸中,移入 1L 容量瓶,用体积分数为 1% 盐酸溶液稀释至标线。此溶液 1.00mL 相当于 2.00mg 钇。

4.2.6 钇载体溶液(约 20mg Y/mL)

4.2.6.1 配制方法:称取 86.2g 硝酸钇[$\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]加热溶解于 100mL 6mol/L 硝酸中,转入 1L 容量瓶内,用水稀释至标线。

4.2.6.2 标定方法:吸取四份 1.00mL 钇载体溶液(4.2.6.1)分别置于锥形瓶中,依次加入 15.00mL EDTA 二钠溶液(4.2.4)和 5mL 1:3 三乙醇胺溶液,用氨水调节溶液至 pH8~9。加入 50mL 水和少许铬黑 T 指示剂(4.2.1)。用锌滴定液(4.2.5)滴定至溶液由蓝色转变为红色。

4.2.7 氯化钡溶液

称取 35.57g 氯化钡[$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]溶于 0.1mol/L 盐酸中并稀释至 1L。此溶液 1.00mL 含 20.0mg 钇。

HJ 815-2016

4.2.8 氨水：无二氧化碳。

4.2.9 三氯化铁溶液：10mg Fe/mL，2mol/L 盐酸介质。

4.2.10 乙酸—乙酸铵洗涤液

吸取1mL 6mol/L乙酸和2mL 6mol/L乙酸铵溶液于60mL水中。

4.2.11 浓硝酸：含量为 65~68%。

4.2.12 发烟硝酸：含量 90%以上。

4.2.13 缓冲溶液（pH=10）

称取67.5g氯化铵溶于200mL水中，加入氨水570mL，用水稀释到1000mL。

4.2.14 铯-90-钇-90 标准溶液：铯-90 活度浓度约 10Bq/mL。

4.3 仪器和设备

4.3.1 低本底 β 测量仪。

4.3.2 分析天平，可读性 0.1mg。

4.3.3 离心机。

4.3.4 可拆卸式漏斗。

4.3.5 一般实验室常用仪器。

4.4 样品的采集和保存

按照HJ 493和HJ/T 61中的相关规定进行样品的采集和保存。

4.5 分析步骤

4.5.1 取水样 1~5L，用硝酸调节水样的 pH 至 1，加入 2.00mL 铯载体溶液（4.2.3）。加热至 50℃ 左右，用氨水调节水样的 pH 至 8~9，搅拌下加入 15g 碳酸铵。继续加热溶液至接近沸腾，使沉淀凝聚，取下冷却，静置 5h 以上。

4.5.2 吸去上层清液。把沉淀转入离心管中，离心，弃去上层清液。逐滴加入 15mL 浓硝酸（4.2.11），将沉淀溶解。加入 15mL 发烟硝酸（4.2.12），在沸水浴中加热至无二氧化氮黄烟冒出。取出离心管置于冷水中冷却到室温。离心，弃去上层清液。

4.5.3 搅拌下徐徐加入 40mL 无水乙醇，离心，弃去上层清液。再重复操作一次。

4.5.4 用 15mL 水溶解硝酸盐沉淀，加 0.5mL 三氯化铁溶液（4.2.9）。置于沸水浴中 5min，取出离心管。用氨水（4.2.8）调节溶液的 pH 至 8~9。再置于沸水浴中 3min，不断搅拌。取出，趁热离心分离。将上层清液倾入盛有 1mL 氯化钡溶液（4.2.7）的烧杯中。记录弃去氢氧化铁沉淀的时刻，作为钇-90 开始生长的时刻。

4.5.5 用氨水调节溶液的 pH 至 7。加入 1mL 6mol/L 乙酸溶液和 2mL 6mol/L 乙酸铵溶液。加热至 90℃左右，搅拌下加入 2mL 0.6mol/L 铬酸钠溶液。继续加热至溶液澄清。取下冷却，过滤，用乙酸-乙酸铵洗涤液（4.2.10）洗涤沉淀，弃去沉淀。如果已知样品中无钡-140 存在，可省去本步骤。

4.5.6 将溶液加热至 80℃左右，用氨水调节溶液 pH 至 8~9，加入 5mL 饱和碳酸钠溶液，继续加热溶液至接近沸腾，使沉淀凝聚。取下，置于冷水浴中冷却至室温。在可拆卸式漏斗上抽滤沉淀。将沉淀用 2mol/L 的盐酸溶解于烧杯中。

4.5.7 加入 1.00mL 钪载体溶液（4.2.6）和 30mL 水。放置 14d。

4.5.8 将放置 14d 后的溶液转移至离心管中，煮沸 2min，用氨水（4.2.8）调节溶液的 pH 至 8，继续加热至沉淀凝聚。取出离心管，放入冷水中，冷却到室温。离心，将上层清液倾入烧杯中。记下锶、钪分离时刻。

4.5.9 用 2mol/L 硝酸溶解沉淀，加入 30mL 水，按本标准 4.5.8 步骤重复沉淀一次。将两次上层清液合并，按本标准 4.2.3.2 步骤所述的标定锶载体溶液的方法测定锶含量。计算锶的化学回收率。

4.5.10 向离心管中加入 2mol/L 硝酸至沉淀溶解，加入 20mL 水，调节溶液 pH 至 1.5~2.0，将离心管置于沸水浴中 2min，搅拌下滴加 5mL 饱和草酸，继续加热至草酸钪沉淀凝聚。将离心管置于冷水浴中，冷却至室温。

4.5.11 沉淀在可拆卸式漏斗上抽滤，依次用质量分数为 0.5% 草酸溶液和无水乙醇各 10mL 洗涤沉淀。将沉淀连同滤纸固定在测量盘上，在低本底 β 测量仪上测量钪-90 的 β 计数，记下测量时间。

4.5.12 将测量后的样品放入烧杯中，按本标准 4.2.6.2 步骤所述的标定钪载体溶液的方法测定钪的含量。计算钪的化学回收率。

4.5.13 按结果计算 7.2 的公式（5）计算锶-90 的含量。

5 离子交换法

5.1 方法原理

用乙二胺四乙酸二钠（简称 EDTA 二钠）和柠檬酸两种络合剂将水样中钙、镁等络合，调节溶液 pH 至 4.5~5.0，使绝大部分钙通过阳离子交换柱，而锶和部分钙被树脂吸附。再用不同浓度和 pH 的 EDTA-乙酸铵溶液先后淋洗钙和锶。向含锶的流出液中加入铜盐，将锶从 EDTA 和柠檬酸的络合物中置换出来，进行碳酸盐沉淀，放置 14d 后分离出钪，通过测定钪-90 的 β

HJ 815-2016

活度来确定水中锶-90 的浓度。

5.2 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度的水。试剂中放射性物质的活度应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。

5.2.1 锶载体溶液（约 50mg Sr/mL）

按本标准“二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法”中 3.2.23 步骤所述进行配制和标定。

5.2.2 钇载体溶液（约 20mg Y/mL）

按本标准“二-（2-乙基己基）磷酸萃取色层法”中 3.2.25 步骤所述进行配制和标定。

5.2.3 钡载体溶液（约 20mg Ba/mL）

称取 35.57g 氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于 0.1mol/L 盐酸中并稀释至 1L。

5.2.4 三氯化铁溶液：浓度约 10mg Fe/mL。

5.2.5 氨水：无二氧化碳。

5.2.6 柠檬酸溶液：质量分数为 5%。

5.2.7 氯化钠溶液：质量分数为 20%。

5.2.8 EDTA 二钠溶液：质量分数为 10%。

5.2.9 氨缓冲溶液

称取 20g 氯化铵溶于 50mL 蒸馏水中，加入 100mL 浓氨水，用水稀释至 1L。

5.2.10 铬黑 T 溶液

称取 100mg 铬黑 T 溶于 10mL 氨缓冲溶液（5.2.9）中，用无水乙醇稀释到 20mL。有效期一个月。

5.2.11 732 苯乙烯型强酸性阳离子交换树脂（强酸 1×2），50~100 目。

5.2.11.1 树脂的处理：用水浸泡 10h 以上，再用 6mol/L 盐酸浸泡两次，每次 4h。用水洗至中性。

5.2.11.2 树脂的装柱：量取 50mL 湿树脂（5.2.11.1），用水装入交换柱中，柱的上下部均用玻璃毛填充。用 200mL 氯化钠溶液（5.2.7）以 3mL/min 的流速通过交换柱。用 200mL 水淋洗，备用。

5.2.11.3 树脂的再生：依次用 100mL 水、200mL 6mol/L 盐酸、200mL 水、200mL 氯化钠溶液（5.2.7）和 200mL 水以 3mL/min 流速淋洗交换柱。

5.2.12 钙淋洗剂

称取 38g EDTA 二钠和 25g 乙酸铵溶于 1L 水中，用 6mol/L 的氢氧化钠溶液和 6mol/L 的盐

酸溶液调节溶液 pH 至 4.4 (用 pH 计测量)。

5.2.13 草酸-草酸铵溶液: 向饱和草酸铵溶液中滴加饱和草酸溶液, 调节 pH 至 4.0~4.5。

5.2.14 锶解吸剂

称取 38g EDTA 二钠和 55g 乙酸铵溶于 1L 水中, 用 6mol/L 的氢氧化钠溶液和 6mol/L 的盐酸溶液调节溶液 pH 至 5.5~6.0 (用 pH 计测量)。

5.2.15 钡淋洗剂

称取 38g EDTA 二钠溶于 1L 水中, 用 6mol/L 的盐酸溶液和 6mol/L 的氢氧化钠溶液调节溶液 pH 至 9.0。

5.3 仪器和设备

5.3.1 低本底 β 测量仪。

5.3.2 分析天平, 可读性 0.1mg。

5.3.3 离心机, 0~4000r/min, 4×15mL。

5.3.4 交换柱, 内径 18mm, 高 300mm。

5.3.5 pH 计。

5.3.6 烘箱。

5.3.7 马福炉。

5.3.8 一般实验室常用仪器。

5.4 样品的采集和保存

按照 HJ 493 和 HJ/T 61 中的相关规定进行样品的采集和保存。

5.5 分析步骤

5.5.1 取澄清后的水样 1~40L, 加入 2.00mL 锶载体溶液 (5.2.1) 和 1.00mL 钡载体溶液 (5.2.3), 加入 EDTA 二钠溶液 (5.2.8) 和等体积的柠檬酸溶液 (5.2.6), 直到钙、镁络合完全。再加入 20mL 2mol/L 乙酸和 2mol/L 乙酸铵溶液, 用 6mol/L 盐酸和 6mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 4.5~5.0。

5.5.2 溶液以 20mL/min 的流速通过阳离子交换树脂柱。

5.5.3 用钙淋洗剂 (5.2.12) 以 8mL/min 的流速通过交换柱, 流出液不时用草酸-草酸铵溶液 (5.2.13) 检查, 至无钙后继续通过 150mL 钙淋洗剂 (5.2.12)。

5.5.4 用 200mL 锶解吸剂 (5.2.14) 以 4~5mL/min 流速解吸锶, 解吸液收集于烧杯中。

5.5.5 用 200mL 钡淋洗剂 (5.2.15) 以 5mL/min 流速淋洗钡, 弃去流出液。如果已知样品中无

HJ 815-2016

钡-140 存在，可省去本步骤，同时在本标准 5.5.1 步骤中也不必加入钡载体溶液。

5.5.6 在含锶的解吸液中加入 4~8g 固体氯化铜，搅拌使其溶解，用氨水调节溶液至碱性（用广泛 pH 试纸检查）。再加入 5mL 氨水、2g 结晶碳酸铵，加热至接近沸腾，冷却至室温。过滤，弃去滤液，再用 20mL 水洗涤沉淀，用 10mL 2mol/L 硝酸溶解沉淀，并用水稀释至 30mL，加入 1mL 氨水（5.2.5），调节溶液至碱性（用广泛 pH 试纸检查）。趁热过滤，用约 10mL 水洗涤一次，弃去沉淀。记下日期和时间。作为钇-90 开始生长的时刻。

5.5.7 将滤纸收集于烧杯中，加入 5mL 饱和碳酸铵溶液，加热至接近沸腾，冷却至室温。沉淀过滤于可拆卸式漏斗内的已称重滤纸上，用水和无水乙醇各 10mL 洗涤沉淀，在 105℃ 烘干 15min，在干燥器内冷却 20min 后称重，计算锶的化学回收率。

5.5.8 将称重后的碳酸锶用约 10mL 2mol/L 硝酸溶解于烧杯中，加入 10mL 水和 1.00mL 钇载体溶液（5.2.2），放置 14d 以上。

5.5.9 将溶液煮沸几分钟，赶走二氧化碳，用氨水（5.2.5）调节溶液 pH 至 8，继续加热 10min，使沉淀凝聚，冷却到室温，离心，记下锶、钇分离的时刻。弃去上层清液。

5.5.10 在离心管中加入 2mol/L 硝酸至沉淀溶解，用 20mL 水稀释，用氨水（5.2.5）调节溶液至碱性（用广泛 pH 试纸检查）。离心，弃去上层清液。

5.5.11 在离心管中加入 2mol/L 硝酸至沉淀溶解，溶液用水转移到 50mL 烧杯中，用氨水调节 pH 至 1.5~2.0，加入 5mL 饱和草酸溶液，加热使沉淀凝聚，冷却到室温。沉淀在铺有已沉重滤纸的可拆卸式漏斗上抽滤，先后用 10mL 水和 10mL 无水乙醇洗涤，抽干，半小时后将沉淀和滤纸固定在测量盘上，在低本底 β 测量仪上进行 β 计数。记下测量进行到一半的时刻。

5.5.12 沉淀在空气中风干 5h 后称重，称至恒重。计算钇的化学回收率。

5.5.13 按结果计算 7.2 的公式（5）计算锶-90 的含量。

6 仪器刻度

6.1 用于测量钇-90 活度的计数器应进行刻度，即确定测量装置对已知活度的钇-90 的响应，它可用探测效率来表示。其方法是：

6.1.1 向四个离心管中加入锶载体溶液（5.2.1）和钇载体溶液（5.2.2）各 1.00mL，再加入已知活度的锶-90-钇-90 标准溶液（3.2.26）和 30mL 水。将离心管置于沸水浴中加热，用氨水（5.2.5）调节溶液的 pH 至 8，继续加热使沉淀凝聚。取出离心管置于冷水浴中，冷却至室温。离心，弃去上层清液。记下锶、钇分离的时刻。

6.1.2 用 2mol/L 硝酸溶解离心管中沉淀，加入 0.5mL 锶载体溶液（5.2.1）和 30mL 水。按本标

准 6.1.1 步骤的方法，用氨水（5.2.5）重复沉淀氢氧化钇一次。

6.1.3 向离心管中加入 2mol/L 硝酸至沉淀溶解，加入 20mL 水，调节溶液 pH 至 1.5~2.0，将离心管置于沸水浴中 2min，搅拌下滴加 5mL 饱和草酸，继续加热至草酸钇沉淀凝聚。将离心管置于冷水浴中，冷却至室温。

6.1.4 沉淀在可拆卸式漏斗上抽滤，依次用质量分数为 0.5% 草酸溶液和无水乙醇各 10mL 洗涤沉淀。将沉淀连同滤纸固定在测量盘上，在低本底 β 测量仪上测量钇-90 的 β 计数，记下测量时间。

6.1.5 将测量后的样品放入烧杯中，按本标准 3.2.25.2 步骤所述的标定钇载体溶液的方法测定钇的含量。计算钇的化学回收率。

6.1.6 按公式（3）计算测量仪器对钇-90 的探测效率。

$$E_f = \frac{N}{DY_y e^{-\lambda(t_3-t_2)}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

E_f ——钇-90 的探测效率， $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$ ；

N ——样品源的净计数率， s^{-1} ；

D ——镱-90-钇-90 标准溶液的活度， Bq ；

Y_y ——钇的化学回收率；

$e^{-\lambda(t_3-t_2)}$ ——钇-90 的衰变因子。 t_2 为镱、钇分离的时刻， h ； t_3 为钇-90 测量进行到一半的时刻， h ； $\lambda=0.693/T$ ， T 为钇-90 的半衰期，64.2h。

6.2 在标定测量仪器的探测效率时，同时测量镱-90-钇-90 检查源的计数率，以便在常规分析中用镱-90-钇-90 检查源来检验测量仪器的探测效率是否正常。

6.3 钇-90 探测效率的测定亦可按如下方法进行：向四只烧杯中分别加入 30mL 水、1.00mL 钇载体溶液（3.2.25）、1.00mL 镱载体溶液（3.2.23）和 2.00mL 镱-90-钇-90 标准溶液（3.2.26）。调节溶液 pH=1.0，以 2mL/min 流速通过 HDEHP-keI-F 色层柱（3.3.4），记下开始过柱至过柱完毕的中间时刻作为镱、钇分离时刻。以下按本标准 3.5.2.2~3.5.2.6 步骤和 3.5.3 步骤所述方法进行钇-90 的分离。在和样品源相同的条件下测得的计数率与经过化学回收率校正后的钇-90 活度之比即为钇-90 的探测效率。

7 结果计算

7.1 快速法测定镱-90 时，按照公式（4）计算水中镱-90 的活度浓度。

$$A = \frac{NJ_0}{E_f V(\text{或}m) Y_Y e^{-\lambda(t_3-t_2)} J} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A ——试样中锶-90 的活度浓度, Bq/L (或 Bq/g);

N ——试样的净计数率, s^{-1} ;

J_0 ——校准测量仪器的探测效率时测得的锶-90 检验源的净计数率, s^{-1} ;

E_f ——钇-90 的探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

V ——分析水样的体积, L; (或 m ——生物样品灰质量, g);

J ——测量试样时锶-90 检验源的净计数率, s^{-1} ;

Y_Y ——钇的化学回收率;

$e^{-\lambda(t_3-t_2)}$ ——钇-90 的衰变因子。 t_2 为锶、钇分离的时刻, h; t_3 为钇-90 测量进行到一半的时刻, h; $\lambda=0.693/T$, T 为钇-90 的半衰期, 64.2h。

7.2 放置法、发烟硝酸沉淀法和离子交换法测定锶-90 时, 按照公式 (5) 计算试样中锶-90 的活度浓度。

$$A = \frac{NJ_0}{E_f V(\text{或}m) Y_{Sr} Y_Y (1 - e^{-\lambda t_1}) e^{-\lambda(t_3-t_2)} J} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

Y_{Sr} ——锶的化学回收率;

$1 - e^{-\lambda t_1}$ ——钇-90 的生成因子, 从附录 A 中查得。此处的 t_1 为锶-90 和钇-90 的平衡时间, h;

其他符号及代号——见公式 (4)。

8 方法验证

8.1 空白实验

定期进行空白试验。每当更换试剂时应进行空白试验, 空白样品数不能少于 4 个。

8.1.1 水样

量取一定量 (二-(2-乙基己基) 磷酸萃取色层法为 50L; 发烟硝酸沉淀法为 5L; 离子交换法为 40L) 的蒸馏水, 按各自规定的方法进行操作。计算几个空白样品计数率的平均值和标准

偏差，并检验其与仪器的本底计数率在 95% 的置信水平下是否有显著性的差异。

8.1.2 生物灰样

8.1.2.1 向 100mL 盐酸（3.2.21）中加入 2.00mL 锶载体溶液（3.2.23）和钪载体溶液（3.2.25）。

8.1.2.2 使用在本标准 3.5.1.5~3.5.2.11 步骤规定的方法操作，在和试样相同的条件下测量空白试样的计数率。

8.1.2.3 计算几个空白样品计数率的平均值和标准偏差，并检验其与仪器的本底计数率在 95% 的置信水平下是否有显著性的差异。

8.2 精密度

8.2.1 水样

分析锶-90 活度浓度为 1Bq/L 的水样，最大误差小于 10%，同一实验室相对标准偏差小于 10%。

8.2.2 生物灰样

每种试样至少分析 2 个平行试样，根据 GB/T 6379 的规定，重复性和再现性应达到表 1 所列的要求。

表 1 方法的重复性和再现性

锶-90 的总活度, Bq	重复性, %	再现性, %
<1.0	30	40
1.0~10	20	30
>10	15	20

附录 A

(资料性附录)

钷-90 的衰变与生长因子

表 A.1 钷-90 的衰变因子

t_3-t_2 h	$e^{-\lambda(t_3-t_2)}$	t_3-t_2 h	$e^{-\lambda(t_3-t_2)}$	t_3-t_2 h	$e^{-\lambda(t_3-t_2)}$
0.0	1.0000	10.0	0.8976	26.0	0.7552
0.5	0.9946	10.5	0.8928	27.0	0.7471
1.0	0.9893	11.0	0.8880	28.0	0.7391
1.5	0.9839	11.5	0.8832	29.0	0.7311
2.0	0.9786	12.0	0.8785	30.0	0.7233
2.5	0.9734	12.5	0.8737	31.0	0.7155
3.0	0.9681	13.0	0.8690	32.0	0.7078
3.5	0.9629	13.5	0.8644	33.0	0.7002
4.0	0.9577	14.0	0.8597	34.0	0.6927
4.5	0.9526	15.0	0.8505	35.0	0.6853
5.0	0.9474	16.0	0.8413	36.0	0.6779
5.5	0.9423	17.0	0.8323	37.0	0.6706
6.0	0.9373	18.0	0.8234	38.0	0.6634
6.5	0.9322	19.0	0.8145	39.0	0.6563
7.0	0.9272	20.0	0.8058	40.0	0.6493
7.5	0.9222	21.0	0.7971	41.0	0.6423
8.0	0.9172	22.0	0.7885	42.0	0.6354
8.5	0.9123	23.0	0.7801	43.0	0.6286
9.0	0.9074	24.0	0.7717	44.0	0.6219
9.5	0.9025	25.0	0.7634	45.0	0.6151

表 A.2 钷-90 的生成因子

t_1 d	$1 - e^{-\lambda t_1}$						
0.00	0.0000	3.50	0.5963	10.00	0.9251	17.00	0.9878
0.25	0.0627	4.00	0.6453	10.50	0.9342	18.00	0.9906
0.50	0.1215	4.50	0.6884	11.00	0.9422	19.00	0.9927
0.75	0.1766	5.00	0.7263	11.50	0.9492	20.00	0.9944
1.00	0.2283	5.50	0.7596	12.00	0.9554	21.00	0.9957
1.25	0.2767	6.00	0.7888	12.50	0.9608	22.00	0.9967
1.50	0.3221	6.50	0.8145	13.00	0.9656	23.00	0.9974
1.75	0.3646	7.00	0.8370	13.50	0.9697	24.00	0.9980
2.00	0.4045	7.50	0.8568	14.00	0.9734	25.00	0.9985

2.25	0.4418	8.00	0.8742	14.50	0.9766	26.00	0.9988
2.50	0.4768	8.50	0.8896	15.00	0.9795	27.00	0.9991
2.75	0.5097	9.00	0.9029	15.50	0.9820		
3.00	0.5404	9.50	0.9147	16.00	0.9842		

附录 B
(资料性附录)

关于实施标准的补充说明

B.1 按公式 (B.1) 决定试样计数的时间。

$$t_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c N_b}}{N^2 E^2} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

t_c ——试样计数的时间，min；

N_c ——试样和本底的总计数率， min^{-1} ；

N_b ——本底的计数率， min^{-1} ；

N ——试样的计数率， min^{-1} ；

E ——预定的相对标准误差。

B.2 用草酸钪重量法测定钪的化学回收率时，草酸钪中的结晶水数会随烘烤的温度而改变。在 45~50℃ 烘干时，草酸钪沉淀的组成为 $\text{Y}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 。当烘烤温度升高时，结晶水数会减少。

B.3 二-(2-乙基己基)磷酸萃取色层法分析水样时：

(1) 水样中的锶-90 和钇-90 应处于平衡状态，钇-91 存在时会干扰锶-90 的快速测定，应当用放置法或衰变扣除法对结果进行校正。

(2) 铈-144 和钷-147 等核素的活度浓度大于锶-90 活度浓度的 100 倍时，会使快速法测定锶-90 的结果偏高。

(3) 水样中的锶含量超过 1mg 时，应进行样品自身锶含量的测定，并在计算锶的化学回收率时将其扣除。

B.4 二-(2-乙基己基)磷酸萃取色层法分析生物灰样时：

(1) 灰样中锶的总量超过 1mg 时，应当进行试样中自身锶含量的测定，其方法为：

a) 称取 5.00g 样品灰，用少量水润湿，逐滴加入 10~15 滴王水 (3.2.19)，缓慢蒸干。加入 10mL 盐酸 (3.2.21)。加热至沸腾。趁热过滤至 100mL 容量瓶中。先后用 5mL 热盐酸 (3.2.22) 和水洗涤残渣数次。将滤液和洗涤液合并，用水稀释至刻度。

b) 移取 25.0mL 浸取液至 50mL 容量瓶中。按本标准 3.5.2.9.1~3.5.2.9.3 步骤规定的方法操作。并按公式 (1) 计算锶的含量，并在计算锶的化学回收率时将其扣除。

(2) 当试样中含有较多的钷-91 和稀土放射性核素时, 应当用放置法进行分析。如果采用快速法的分析步骤, 应当在试样第一次计数后放置 14d, 让钷-90 衰变后再次 β 计数。根据两次计数结果计算出长寿命的干扰核素对第一次计数的贡献, 并将其扣除。

(3) 如果从采样到测量的时间超过 1a, 在本标准 7.1 的公式 (4) 和本标准 7.2 的公式 (5) 的分母应当乘以锶-90 的衰变校正因子, 它等于 $e^{-0.693t_4}/T$ 。此处 t_4 为采样到测量经过的时间 (a); T 为锶-90 的半衰期 (28.1a)。

(4) 如果本标准 7.1 的公式 (4) 需要表示为生物试样中锶-90 的含量, 可将最后结果乘以样品的灰鲜比 (g/kg)。

B.5 发烟硝酸沉淀法分析水样时:

(1) 当水样中钙含量大于 4.0g 时, 应当用无水乙醇多次分离纯化锶, 否则锶的化学回收率会偏高。

(2) 水样中锶含量超过 1mg 时, 应进行样品自身锶含量的测定, 并在计算锶的化学回收率时将其扣除。

B.6 离子交换法分析水样时:

(1) 水样中钙的浓度超过 1.5g/L 时, 会使锶的化学回收率偏高。

(2) 水样中锶含量超过 1mg 时, 应进行样品自身锶含量的测定, 并在计算锶的化学回收率时将其扣除。

(3) 本标准 5.5.1 步骤的钙、镁是否络合完全可用铬黑 T 检查, 其方法是: 取约 1mL 样品溶液, 加入等体积的氨缓冲溶液 (5.2.9) 及 1 滴铬黑 T 溶液 (5.2.10), 如颜色为蓝色而不出现紫红色, 表示钙、镁已络合完全。同时可用无离子水作对照。

(4) 本标准 5.5.3 步骤的流出液中是否存在钙离子的检查方法: 取 1mL 流出液与等体积的草酸-草酸铵溶液 (5.2.13) 混合摇动 1min, 与无离子水对照, 若无浑浊现象, 则表示无钙。