ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания стронция-90

Drinking water. Methods of determination of Stronzij Content

ГОСТ 18913—73

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 21 июня 1973 г. № 1530 срок введения установлен

с 01.07.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок действия продлен

до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает радиохимический метод определения содержания стронция-90, основанный на концентрировании стронция-90 из большого объема воды (~ 10 л) путем соосаждения с карбонатом кальция. Определение стронция-90 производится путем выделения и радиохимической очистки стронция-90, накопления и выделения дочернего изотопа иттрия-90 и измерения бета-активности иттрия-90. Определение химического выхода стронция производится трилонометрическим методом после отделения стронция от кальция экстрагированием нитрата кальция ацетоном.

Чувствительность метода — $5 \cdot 10^{-12}$ Ки/л.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания стронция-90 должен быть не менее 10 л.

1.3. Для предупреждения соосаждения радиоизотопов на стенках стаканов пробу воды подкисляют азотной кислотой до кислой реакции по метилоранжу.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Центрифуга лабораторная.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80.
Установка малофоновая.
Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336—82.
Печь муфельная с терморегулятором до 900°С.
Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.
Эксикатор по ГОСТ 25336—82.
Щипцы тигельные.
Шкаф сушильный.

Посуда мерная лабораторная стеклянная вместимостью: стаканы химические 100, 500, 1000 мл; колбы мерные 50, 100, 1000 мл; цилиндры мерные 10, 25, 50, 100 мл; пипетки мерные 1, 2, 5, 10 мл; бутыли 10, 20 л.

Стекла часовые.
Палочки стеклянные.
Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.
Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—74.
Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.
Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Натрий едкий по ГОСТ 11078—78.
Известь натронная.
Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429—74.
Лантан азотнокислый.
Церий азотнокислый.
Иттрий азотнокислый.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.
Кальций хлористый кристаллический.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Аммоний углекислый по ГОСТ 3770—75.
Железо хлорное по ГОСТ 4147—74.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.
Натрий хромовокислый.
Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.
Индикатор кислотный хром темно-синий (эриохром черный Т).
Этилендиамин -N, N, N′, N′- тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.
Ацетон по ГОСТ 2603—79.
Магний сернокислый по ГОСТ 4523—77.
Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора кислотного хром темно-синего индикатора

0,5 г индикатора растворяют в 10 мл аммиачного буферного раствора, доводя объем смеси до 100 мл этиловым спиртом.

3.2. Приготовление аммиачного буферного раствора

54 г хлористого аммония растворяют в 350 мл концентрированного аммиака и разбавляют дистиллированной водой до 1 л.

3.3. Приготовление 0,05 н. раствора трилона Б

9,3 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Титр раствора трилона Б устанавливается по титрованному раствору хлористого кальция.

3.4. Приготовление 0,05 н. раствора сульфата магния

6,16 г сульфата магния растворяют в 1 л дистиллированной воды.

3.5. Приготовление 10%-ного раствора углекислого натрия

10 г углекислого натрия растворяют в 90 мл дистиллированной воды.

3.6. Приготовление 0,5%-ного раствора хлорного железа

0,5 г безводного хлорного железа растворяют в 99,5 мл дистиллированной воды.

3.7. Приготовление аммиака, не содержащего карбоната аммония

В колбу вместимостью 1000 мл, снабженную холодильником, помещают 600—700 мл 25%-ного раствора аммиака, добавляют 10 мл 2%-ного раствора едкого натрия и закрывают колбу пробкой, в которую вставляют трубку с натронной известью. Смесь перемешивают и оставляют на 1—2 ч. В другой колбе упаривают 600—800 мл дистиллированной воды на 1/3 объема. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлены две трубки: одна длинная, другая короткая с натронной известью. Длинная трубка соединяется с холодильником первой колбы. Колба с аммиаком нагревается на водяной бане. Аммиак перегоняется, охлаждается в холодильнике и поглощается дистиллированной водой. Насыщение аммиаком ведется до первоначального объема.

3.8. Приготовление 6 н. раствора азотной кислоты

435 мл концентрированной азотной кислоты (плотность 1,38 г/см^3) доводят дистиллированной водой до 1 л.

3.9. Приготовление 6 н. раствора уксусной кислоты

343 мл ледяной уксусной кислоты доводят дистиллированной водой до 1 л.

3.10. Приготовление 6 н раствора уксуснокислого аммония

462 г уксуснокислого аммония растворяют в дистиллированной воде с таким расчетом, чтобы общий объем раствора составлял 1 л.

3.11. Приготовление 2 н. раствора азотной кислоты

К одному объему 6 н. раствора азотной кислоты добавляют два таких же объема дистиллированной воды.

3.12. Приготовление 5%-ного раствора серной кислоты

2,7 мл концентрированной серной кислоты (плотность 1,83 г/см^3) растворяют в 97,3 мл дистиллированной воды.

3.13. Приготовление 1,5 н. раствора хромовокислого натрия

258 г хромовокислого натрия растворяют в дистиллированной воде с таким расчетом, чтобы общий объем раствора составлял 1 л.

3.14. Приготовление раствора хлористого кальция, 40 г/л по кальцию

219 г хлористого кальция растворяют в дистиллированной воде до 1 л.

3.15. Приготовление насыщенного раствора щавелевой кислоты

В 100 мл дистиллированной воды добавляют кристаллическую щавелевую кислоту до тех пор, пока она не перестанет растворяться. Аналогично готовят насыщенный раствор углекислого аммония.

3.16. Приготовление титрованного раствора азотнокислого стронция

6 г азотнокислого стронция помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 2 н. растворе азотной кислоты и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Затем в три стакана вместимостью 100 мл каждый отбирают по 1 мл приготовленного раствора, добавляют по 30 мл дистиллированной воды, по 5 мл 5%-ной серной кислоты и равные объемы этилового спирта. Тщательно перемешивая, стаканы оставляют на ночь. На другой день отфильтровывают $SrSO_4$ через фильтры «Синяя лента», высушивают на воронках в сушильном шкафу, помещают в фарфоровые тигли, прокаленные до постоянной массы, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 800° С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе, прокаленные осадки взвешивают на аналитических весах и среднее из трех полученных результатов принимают за титр раствора носителя стронция.

Аналогично готовят титрованный раствор азотнокислого бария.

3.17. Приготовление титрованного раствора азотнокислого иттрия

6 г азотнокислого иттрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 2 н. растворе азотной кислоты и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Затем в три стакана вместимостью 100 мл каждый отбирают по 1 мл приготовленного раствора, добавляют по 30 мл дистиллированной воды, нагревают до 60—70°С, приливают по 10 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты и подщелачивают раствором аммиака до pH 1,5. После того, как осадки осядут на дно стаканов, проверяют полноту осаждения, приливая по каплям насыщенный раствор щавелевой кислоты. Через 4—5 ч осадки оксалатов иттрия отфильтровывают через фильтр «синяя лента», высушивают в сушильном шкафу, помещают в фарфоровые тигли, доведенные до постоянной массы, озоляют и прокаливают при 900—1000°С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе, прокаленные осадки взвешивают на аналитических весах и среднее из трех полученных результатов принимают за титр раствора носителя иттрия.

Аналогично готовят растворы азотнокислого церия и лантана.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Выделение стронция-90

К 10 л исследуемой воды, в которую предварительно внесены 50 мг/мл (в пересчете на металл) азотнокислые растворы носителей стронция, бария, лантана и церия, добавляют раствор хлористого кальция из расчета 20 мг/л (по кальцию). Полученный раствор перемешивают, нагревают до 80°С и добавляют к нему 10%-ный раствор $SrSO_4$ из расчета 580 мг/л для осаждения карбоната кальция. Раствор с выпавшим осадком оставляют на 2—3 ч. После отстаивания раствор сливают, осадок растворяют в нескольких миллилитрах концентрированной азотной кислоты и разбавляют дистиллированной водой, примерно до 50—100 мл. Азотнокислый раствор переносят в стакан вместимостью 200—300 мл. К раствору нитратов стронция добавляют 10 мл 0,5%-ного раствора хлорного железа и после нагревания раствора до кипения осаждают гидроокись железа безугольным аммиаком. Осадок отделяют, промывают два-три раза слабым раствором аммиака и отбрасывают. Раствор и промывные воды нейтрализуют 6 н. раствором азотной кислоты, прибавляют 1 мл 6 н. раствора уксусной кислоты, 2 мл 6 н. раствора уксуснокислого аммония, нагревают до 70—80°С и добавляют 1—2 мл 1,5 н. раствора хромовокислого натрия, затем осаждают хромат бария. Осадок отделяют, промывают разбавленным раствором уксуснокислого аммония и отбрасывают*.

* Если пробы воды хранят более 5 мес. или если известно, что последние испытания ядерного оружия проведены не менее 5 мес. назад, то отделение бария проводить не следует.

К раствору, оставшемуся после осаждения хромата бария вновь прибавляют хлорное железо и операцию осаждения гидроокиси железа повторяют. После этого добавляют аммиак до пожелтения раствора и насыщенный раствор углекислого аммония до полноты осаждения карбоната стронция. Выпавший осадок оставляют на 2—3 ч, проверяют на полноту осаждения, центрифугируют, промывают водой, растворяют в концентрированной азотной кислоте и разбавляют дистиллированной водой до 50 мл. Затем объем азотнокислого раствора замеряют и отбирают 1 мл для определения химического выхода носителя стронция. После этого вносят 50 мг (в пересчете на металл) раствора носителя иттрия и оставляют на шесть дней для 75%-ного накопления иттрия-90. Затем осаждают гидроокись иттрия аммиаком, свободным от углекислого аммония, отмечают время отделения иттрия-90 от стронция-90. Осадок гидроокиси иттрия два-три раза промывают слабым раствором аммиака, подсушивают на фильтре, помещают во взвешенный тигель и прокаливают в муфельной печи при 900° С. Затем осадок взвешивают для определения химического выхода носителя иттрия-90, наносят на мишень и измеряют радиоактивность на малофоновой установке типа УМФ.

4.2. Определение выхода носителя стронция

1 мл азотнокислого раствора выпаривают досуха и высушивают в сушильном шкафу при 130—140°С в течение 1 ч. Высушенный остаток охлаждают в эксикаторе и добавляют 10 мл ацетона. Экстрагируют нитрат кальция ацетоном 1 ч, при периодическом перемешивании. Затем раствор отфильтровывают через небольшой фильтр, предварительно смоченный ацетоном, и промывают 5 мл ацетона. Осадок на фильтре растворяют в минимальном количестве горячей воды и раствор собирают в стакан. Далее к раствору добавляют одну каплю HNO_3, высушивают и повторяют экстракцию ацетоном. Осадок нитрата стронция растворяют в горячей воде, добавляют 5 мл 0,05 н. раствора сернокислого магния, 2 мл аммиачного буферного раствора и 8—10 капель индикатора хром темно-синего. Раствор доводят водой до 100 мл и титруют 0,05 н. раствором трилона Б при интенсивном перемешивании до изменения цвета раствора от винно-красного до неизменяющегося синего с сиреневым оттенком.

Затем в аналогичных условиях титруют 5 мл 0,05 н. раствора сернокислого магния. Объем трилона Б, израсходованный на связывание ионов стронция, определяют по разности между двумя титрованиями. 1 мл 0,05 н. раствора трилона Б соответствует 2,19 мг стронция.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Активность стронция-90 (А) в Ки/л в воде определяют с точностью ±20% по формуле

$$A = \frac{(N - N_ф) \cdot K}{f_1 \cdot f_2 \cdot V \cdot P_1 \cdot P_2},$$

где N — скорость счета выделенного препарата иттрия-90, имп/мин;

$N_ф$ — скорость счета фона установки, имп/мин;

K — коэффициент пересчета, Ки/имп/мин;

f_1 — поправка на распад иттрия-90 за время, прошедшее с момента отделения иттрия-90 от стронция-90 до момента измерения активности;

f_2 — поправка на неполноту накопления иттрия-90 в растворе стронция-90 (при $t_{нак}=6$ суток $f_2=0{,}75$);

V — объем воды, взятый на анализ, л;

P_1 — поправка на выход носителя стронция;

P_2 — поправка на выход носителя иттрия.

Примечание. Определение коэффициента пересчета (K) производится с помощью эталонов, прилагаемых к установке.

gost.e-ecolog.ru