

UDC 614.77  
Z 33



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14502—93

---

## 水中镍-63的分析方法

Analytical method of nickel-63 in water

1993-06-19 发布

1994-04-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14502—93

## 水中镍-63的分析方法

Analytical method of nickel-63 in water

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了水中镍-63的分析方法。

本标准适用于地面水、地下水、饮用水及核设施排放废水中镍-63的分析。测定范围： $4.1 \times 10^{-2} \sim 20$  Bq/L。

### 2 引用标准

GB 12379 环境核辐射监测规定

### 3 方法提要

水样中加入镍载体并以氢氧化物形式沉淀浓集镍-63,用三正辛胺萃取和丁二酮肟络合,使镍-63与钴-60、锌-65、铁-55等活化产物及钙、镁等常量离子分离,最后用盐酸溶解,用液体闪烁计数法测量。

### 4 试剂

所有试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。试剂和水的放射性活度必须保证空白样品测得的计数率在液体闪烁计数器本底的统计误差以内。

4.1 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=10$  mol/L。

4.2 盐酸：HCl含量36%~38%。

4.3 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=0.1$  mol/L。

4.4 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=1.0$  mol/L。

4.5 氢氧化铵： $\text{NH}_4\text{OH}$ 含量25%~28%。

4.6 氢氧化铵溶液：pH8~9。

4.7 三正辛胺 $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7]_3\text{N}$ -甲苯溶液：5%(V/V)。

4.8 氢氧化铵-乙醇溶液：pH8。

4.9 丁二酮肟溶液：10 g/L。称取10.0 g丁二酮肟( $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ ,含量不少于97.0%)溶于100 mL氢氧化铵-乙醇溶液(4.8)中,转入1 L容量瓶中,用氢氧化铵-乙醇溶液(4.8)稀释至标线。

4.10 高氯酸： $\text{HClO}_4$ 含量70.0%~72.0%。

4.11 闪烁液：取6.0 g 2,5-二苯基噁唑 $[\text{OC}(\text{C}_6\text{H}_5)=\text{CHN}=\text{CC}_6\text{H}_5]$ ,PPO,闪烁纯)和0.3 g 1,4-双(5-苯基噁唑基-2)苯 $[\text{OC}(\text{C}_6\text{H}_5)=\text{CHN}=\text{C}]_2\text{C}_6\text{H}_4$ ,POPOP,闪烁纯)和100 g 萘 $\text{C}_{10}\text{H}_8$ 溶于1,4-二氧六环 $[(\text{C}_2\text{H}_4)_2\text{O}_2]$ 中,并稀释至1 L,贮存于棕色瓶中,置于暗处。

4.12 镍-63标准溶液：约300 Bq/mg,总不确定度 $\pm 3\%$ 。

4.13 镍载体溶液：10 mg Ni/mL。

4.13.1 配制：称取40.5 g氯化镍( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶解于100 mL盐酸溶液(4.3)中,转入1 L容量瓶