

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 1126-2020

水中氚的分析方法

Analysis method for tritium in water

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版集团出版的正式标准文本为准。

2020-04-09 发布

2020-04-30 实施

生态环境部 发布

目 次

前 言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 术语和定义.....	1
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	7
10 精密度和准确度.....	9
11 质量保证和质量控制.....	9
12 废物处理.....	10
附录 A 正确使用标准的说明（资料性附录）	11
附录 B 碱式电解浓集装置示意图（资料性附录）	12
附录 C SPE 电解浓集装置示意图（资料性附录）	14
附录 D 淬灭校正曲线的制作、使用及内标法概述（资料性附录）	15

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》、《中华人民共和国放射性污染防治法》和《中华人民共和国核安全法》，规范水中氚的分析工作，制定本标准。

本标准规定了水中氚的测定步骤以及应遵守的技术规定。包括试剂和材料、仪器和设备、样品、分析步骤、结果计算与表示、精密度和准确度、质量保证和质量控制、废物处理等技术要求。

本标准对《水中氚的分析方法》（GB/T 12375-1990）作了修订，修订过程中主要参考了ASTM D4107-2008《Standard Test Method for Tritium in Drinking Water》、ISO 9698-2010《Water quality—Determination of tritium activity concentration—Liquid scintillation counting method》、以及日本文部科学省《放射性能测定法系列9 氚分析法》等国际标准。

《水中氚的分析方法》（GB/T 12375-1990）首次发布于1990年，原标准起草单位为中国原子能科学研究院。本次为第一次修订，修订的主要内容：

- 增加了规范性引用文件、方法原理、术语和定义、样品、废物处理等章节；
- 补充了水样与闪烁液配比确定，电解浓集装置的标定，淬灭校正曲线的制作、使用与内标法等关键技术细节，引入了固体聚合物电解质电解浓集法；
- 补充了探测下限的计算公式；
- 对部分内容表述进行了修订。

本标准实施之日起，《水中氚的分析方法》（GB/T 12375-1990）在相应的国家放射性污染防治标准实施中停止执行。

本标准由生态环境部核设施安全监管司、法规与标准司组织修订。

本标准起草单位：浙江省辐射环境监测站（生态环境部辐射环境监测技术中心）。

本标准由生态环境部2020年4月9日批准。

本标准自2020年4月30日起实施。

本标准由生态环境部负责解释。

水中氚的分析方法

1 适用范围

本标准规定了水中氚的分析方法。

本标准适用于地表水、地下水、饮用水和海水等环境水体中氚的分析，对于核设施液态流出物中氚的分析，也可参照使用。

2 规范性引用文件

以下标准和规范所含条文，在本标准中被引用即构成本标准的条文，与本标准同效。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HJ/T 61 辐射环境监测技术规范

3 方法原理

水样中加入高锰酸钾，经常压蒸馏后，馏出液与闪烁液按一定比例混合，待测试样中氚发射的 β 射线能量被闪烁液中的溶剂吸收并传递给闪烁体分子，闪烁体分子退激发射的可见光光子被液体闪烁计数器内的光电倍增管探测，从而测得样品中氚的计数率，经本底、探测效率校正后，得出水样中氚的活度浓度。对于部分环境水样，可采用碱式电解浓集或固体聚合物电解质电解浓集的方法，利用 ^1H 同位素比 ^3H 同位素更快被电解成气体的现象，将样品中氚浓集后进行分析和测量。

4 术语和定义

4.1 液体闪烁计数器 liquid scintillation counter

通过对辐射能量传递至液态闪烁体所产生的荧光进行计数，来检测和测量被分析样品中电离辐射强度的仪器。

4.2 电解浓集因子 electrolyte enrichment factor

本标准中所称的浓集因子，是指在电解浓集装置标定时，所使用的工作标准溶液电解浓集后的活度浓度（ C_f ），除以工作标准溶液初始活度浓度（ C_i ）所得的商，记作 η_e 。

4.3 优值 figure of merit

表征液体闪烁计数器对特定样品体系测量性能的一个定量指标，简称FOM，由百分计数效率($E \times 100$)的平方除以以 min^{-1} 为单位的本底计数率(N_b)得到，即 $\text{FOM} = (E \times 100)^2 / N_b$ 。

4.4 淬灭 quench

所有对射线能量转换为计数瓶中释放出的荧光这一过程产生干扰的现象。分为化学淬灭和颜色（光学）淬灭两种。

4.5 淬灭指示参数 quench indication parameter

指示样品淬灭水平的值，因液体闪烁计数器型号的不同，在测量结果中表示为SQP(E)（外标谱淬灭参数）、tSIE（外标转换谱指数）、ESCR（外标道比）、TDCR（三双符合比）和SIS（样品谱指数）等的数值。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂和蒸馏水。

5.1 高锰酸钾， KMnO_4 。

5.2 闪烁液，由闪烁体和溶剂按一定比例配制，或选用合适的商用闪烁液。

5.3 氢氧化钠， NaOH 。

5.4 ^3H 标准溶液，采用有证标准物质，不确定度 $\leq 3\%$ 。

5.5 本底水，氚计数率尽量低的水，通常采用与外界交换较少的深井水或冰川水。

5.6 二氧化碳，纯度 $\geq 99.9\%$ 。

5.7 液氮，纯度 $\geq 99.9\%$ 。

5.8 沸石或玻璃珠。

6 仪器和设备

6.1 低本底液体闪烁计数器（以下简称“液闪”），典型计数条件下，对水中氚的探测下限 $\leq 2.0 \text{ Bq/L}$ 。

6.2 分析天平，感量 0.0001 g ，量程大于 100 g 。

6.3 玻璃圆底烧瓶， 500 mL 。

6.4 玻璃圆底烧瓶， 1 L 。

6.5 蛇形冷凝管， 250 mm 。

6.6 磨口塞玻璃瓶， 250 mL 。

6.7 磨口塞玻璃瓶， 500 mL 。

- 6.8 容量瓶, 1 L。
- 6.9 计数瓶, 聚乙烯、聚四氟乙烯或低钾玻璃材质, 20 mL。
- 6.10 碱式电解浓集装置, 参考附录B (资料性附录)。
- 6.11 固体聚合物电解质 (Solid Polymer Electrolyte, 以下简称SPE) 电解装置, 参考附录C (资料性附录)。
- 6.12 电导率仪, 测量范围 $0\sim 2\times 10^5\ \mu\text{S}/\text{cm}$, 基本误差 $\leq \pm 1\%$ 。
- 6.13 加液器, 量取范围 $0\sim 10\ \text{mL}$, 误差 $\leq \pm 1\%$ 。
- 6.14 量筒, 1 L。

7 样品

- 7.1 水样的采集参照HJ/T 61《辐射环境监测技术规范》。
- 7.2 使用可避免同位素交换的容器贮存水样, 样品采集时, 水样应充满贮存容器, 对于需要电解的样品, 样品量一般要求为1 L以上; 对于不需电解的样品, 样品量应大于500 mL。
- 7.3 为防止化学淬灭干扰, 用于氚分析的样品不能酸化, 样品取回实验室后, 应尽快分析。

8 分析步骤

8.1 样品处理

- 8.1.1 取300 mL水样, 放入圆底烧瓶 (6.3) 中, 加入约0.5 g高锰酸钾 (5.1), 放入几粒沸石或玻璃珠 (5.8) 以防爆沸, 盖好磨口玻璃塞, 装好蛇形冷凝管 (6.5), 开始常压蒸馏, 收集电导率低于 $10\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 的馏出液约150~200 mL于磨口塞玻璃瓶 (6.6) 中, 记作“常压蒸馏样品”, 密封保存, 待用。一般情况下, 弃去的是前50 mL馏出液, 收集的馏出液处于中间段。
- 8.1.2 对用于碱式电解浓集的样品, 放入圆底烧瓶 (6.4) 中的初始水样体积为600 mL, 弃去约50毫升初始馏出液, 将中间的500 mL馏出液收集于磨口塞玻璃瓶 (6.7) 中, 弃去最后的50mL馏出液, 密封保存, 待用。
- 8.1.3 对用于SPE电解浓集的样品, 放入圆底烧瓶 (6.4) 的初始水样体积为600 mL, 用电导率仪 (6.12) 测量馏出液电导率, 收集电导率低于 $5\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 的馏出液约500 mL于磨口塞玻璃瓶 (6.7) 中, 密封保存, 待用。

8.2 电解浓集

8.2.1 碱式电解浓集

8.2.1.1 调节碱式电解浓集装置（图 B.1）阳极位置，使电解后剩下的浓集液体积为 10~20 mL。

8.2.1.2 用量筒（6.14）量取一定体积的馏出液（8.1.2），倒入电解槽（图 B.1）中，并加入一定量的氢氧化钠（5.3）。

8.2.1.3 将电解槽（图 B.1）放入水槽（图 B.1）内，开启冷却水循环装置（图 B.1），连接线路，接通电源，设置电解电流和冷却温度，开始电解。

8.2.1.4 电解结束后，以 10~20 mL/min 的流速，向电解槽（图 B.1）内缓慢地通入二氧化碳（5.6），至浓集液被中和。

8.2.1.5 真空冷凝蒸馏

对被中和后的浓集液，开展真空冷凝蒸馏，步骤如下：

a) 把称重过的收集瓶（图 B.2）放入液氮（5.7）中冷却 5 min 后取出，与放在井形电炉（图 B.3）中的电解槽（图 B.1）连接。打开收集瓶上（图 B.2）的阀门，抽真空，在 100 °C 以内加热电解槽，冷凝蒸馏 30 min。

b) 再次称重收集瓶，确定浓集液被蒸馏后的净重，待用。

8.2.2 SPE电解浓集

8.2.2.1 设置 SPE 电解浓集装置（图 C.1）停止液位的位置，使电解后剩下的浓集液体积为 10~20 mL。

8.2.2.2 用量筒（6.14）量取一定体积的本底水（5.5），倒入储样瓶（图 C.1）中，打开电解开关，对 SPE 电解浓集装置（图 C.1）进行 10 min 左右的清洗，打开浓集液出口（图 C.1）阀门，排出本底水。重复以上步骤 3 次左右，直至电解单元中残留的氟被清洗完毕。

8.2.2.3 将一定体积的馏出液（8.1.3），倒入储样瓶（图 C.1）内。

8.2.2.4 设置冷却单元（图 C.1）温度为 1~2°C，开启冷却单元。

8.2.2.5 设置好电解电流，启动电解，电解浓集液到达停止液位后，电解自动停止，一般需 2~3 天。

8.2.2.6 关闭电解电源（图 C.1）和冷却单元（图 C.1）电源，打开浓集液出口（图 C.1）阀门，将浓集液放入磨口塞玻璃瓶（6.6）中，待用。

8.2.2.7 重复 8.2.2.2 的清洗步骤，以备下次电解。

8.3 制备试样

8.3.1 水样与闪烁液配比确定

制备用于测量的试样之前，需要确定水样与闪烁液（5.2）的质量体积配比（g:mL），以 20 mL 计数瓶为例，说明如下：

a) 对于已知最高含水率的闪烁液（5.2），如标签上注明“最多可以在 10 mL 闪烁液中

合并 10 mL 水”的商用闪烁液，可以在水样和闪烁液（5.2）质量体积配比 10:10 以下，按照 1:19, 2:18, 3:17, ..., 10:10 的配比，分别配制 10 个本底试样和 10 个标准试样。

b) 对于未知最高含水率的其它闪烁液（5.2），则可以按照 1:19, 2:18, 3:17, ..., 19:1 的配比，分别配制 19 个本底试样和 19 个标准试样。

c) 按 8.5 节流程，分别测量以上本底试样和标准试样，按 9.1.1 节公式（1）算出探测效率 E ，并计算出相应的优值，取优值最大的质量体积配比，用作水样与相应类型闪烁液（5.2）的最佳配比。

d) 以下分析流程均基于上述 3 步所确定的最佳配比开展，为便于描述，将试样质量和闪烁液（5.2）体积分别记作 m 和 V 。

8.3.2 制备本底试样

8.3.2.1 按 8.1 节所述流程对本底水（5.5）进行常压蒸馏处理，收集与 8.1.1~8.1.3 节所述流程处于同段的本底水馏出液，作为相应的刻度用本底水样，待用。

8.3.2.2 用分析天平（6.2）称取质量为 m 的本底水样（8.3.2.1）于计数瓶（6.9）中，使用加液器（6.13）加入体积为 V 的闪烁液（5.2），充分振荡以使本底水样和闪烁液混合成均相，密封保存，备用。

8.3.3 制备待测试样

8.3.3.1 对于常压蒸馏样品，用分析天平（6.2）称取质量为 m 的馏出液（8.1.1）于计数瓶（6.9）中；对于碱式电解浓集样品，称取质量为 m 的经中和处理后的浓集液（8.2.1.5）于计数瓶（6.9）中；对于 SPE 电解浓集样品，称取质量为 m 的浓集液（8.2.2.6）于计数瓶（6.9）中。

8.3.3.2 在以上计数瓶（6.9）中，使用加液器（6.13）分别加入体积为 V 的闪烁液（5.2），充分振荡以使待测水样和闪烁液混合成均相，密封保存，备用。

8.3.4 制备标准试样

8.3.4.1 工作标准溶液的配制

称取一定量的 ^3H 标准溶液（5.4）于容量瓶（6.8）中，用本底水样（8.3.2.1）稀释至 1 L，作为工作标准溶液，保存待用。控制工作标准溶液活度浓度与待测试样尽量相当，其活度浓度记作 C_s 。

8.3.4.2 试样制备

用分析天平（6.2）称取质量为 m 的工作标准溶液（8.3.4.1）于计数瓶（6.9）中，使用

加液器（6.13）加入体积为 V 的闪烁液（5.2），充分振荡以使工作标准溶液和闪烁液混合成均相，密封保存，备用。

8.4 电解浓集装置的标定

8.4.1 按8.3.4.1节所述流程配制标定用工作标准溶液，控制其活度浓度在10 Bq/L左右，记作 C_i 。

8.4.2 按8.2节的流程，开展电解浓集，电解时加入的工作标准溶液初始体积（记作 V_i ）和电解后剩余的浓集液体积（记作 V_f ）均与8.2节保持一致，加入的工作标准溶液活度记作 A_i 。

8.4.3 按照8.5.2节流程，测量以上浓集液，并按9.2.1节公式（2）计算出其活度浓度，记作 C_f ，电解后剩余的浓集液活度记作 A_f 。

8.5 测量

8.5.1 仪器准备

8.5.1.1 预热

液闪（6.1）开机后，按照仪器使用说明书要求，经过一段时间的预热，以达到正常工作状态。

8.5.1.2 仪器测量道宽/能量窗口的选择

试样的测量结果，在液闪中显示的是连续的 β 谱，谱图以道址（最大为1024~4096不等）或能量（氚的能量范围为0~18.6 keV）为横坐标。由于仪器自身本底和淬灭的存在，谱图上显示的不全是真实的氚 β 射线，因而，需要选择合适的道宽或能量窗口。

不同的液闪，可以通过手动设置，或者在谱图上自动调节的方式，实现对道宽的上下道址和/或能量窗口的能量上下阈值的调整。通过测量一对标准试样和本底试样，可以计算不同道宽/能量窗口下仪器的优值，将最大的优值对应的道宽/能量窗口，设置在液闪分析软件的相应选项（部分液闪可于测量结束后，在专门的数据处理软件中设置）内。

8.5.2 样品测量

把制备好的本底试样（8.3.2），待测试样（8.3.3）和标准试样（8.3.4），一起放入液闪（6.1）测量室内。

依次设置测量模式（ ^3H ）、样品循环数和单次测量时间（需满足计数要求）、试样位置，同时，选择在结果中能够显示试样淬灭指示参数的测量模式（如外标源测量模式等）。

试样避光 2~24 h 后，开始测量。

8.5.3 数据记录

8.5.3.1 按照 8.5.1.2 选定的道宽/能量窗口，记录本底试样、待测试样和标准试样的计数率，分别记作 N_b 、 N_c 、 N_s 。

8.5.3.2 记录本底试样、待测试样和标准试样的淬灭指示参数，分别记作 Q_b 、 Q_c 和 Q_s 。

8.5.3.3 当 Q_c 与 Q_b 或 Q_s 差别较大时，说明待测试样的淬灭水平与刻度用的标准试样及本底试样不一致，不能直接用 9.1 节公式（1）计算所得 E 值代入后续公式参与计算。此时，需要重新处理待测试样，直至其淬灭指示参数与 Q_b 和 Q_s 试样一致。否则，需要通过淬灭校正，得出样品淬灭指示参数为 Q_c 的情况下，对应的仪器探测效率 E 值，参与后续计算，淬灭校正可通过制作淬灭校正曲线和内标法实现，具体参考附录 D。

9 结果计算与表示

9.1 仪器效率的计算

$$E = \frac{N_s - N_b}{0.06 \times m \times C_s} \quad (1)$$

式中： E ——液闪对氚的计数效率；

N_s ——标准试样计数率， min^{-1} ；

N_b ——本底试样计数率， min^{-1} ；

m ——试样质量，g；

C_s ——标准试样活度浓度，Bq/L；

0.06——换算系数（ $0.001 \text{ L/g} \times 60 \text{ min}^{-1}/\text{Bq}$ ）。

9.2 样品水中氚活度浓度计算

9.2.1 常压蒸馏样品水中氚活度浓度计算

$$C = \frac{N_c - N_b}{0.06 \times m \times E} \quad (2)$$

式中： C ——水样中氚活度浓度，Bq/L；

N_c ——试样计数率， min^{-1} ；

其余同公式（1）。

9.2.2 电解浓集样品水中氚活度计算

$$C = \frac{(N_c - N_b)}{0.06 \times m \times E \times \eta_e} \quad (3)$$

式中：C——水样中氚活度浓度，Bq/L；

η_e ——电解浓集因子，用公式（4）计算；

其余同公式（2）。

$$\eta_e = \frac{C_f}{C_i} = \frac{V_i \times A_f}{V_f \times A_i} \quad (4)$$

式中：C_i、A_i、V_i——电解浓集装置标定用工作标准溶液活度浓度、活度和体积，单位分别为 Bq/L、Bq 和 mL；

C_f、A_f、V_f——标定用工作标准溶液电解后浓集液活度浓度、活度和体积，单位分别为 Bq/L、Bq 和 mL；

V_i/V_f——体积浓集倍数，是衡量电解浓集装置性能的主要指标；

A_f/A_i——电解浓集回收率，可记作 R_e，是衡量电解浓集装置性能的主要指标。

9.3 方法探测下限的计算

9.3.1 不需电解样品探测下限计算

$$L_D = \frac{4.65}{0.06 \times m \times E} \sqrt{\frac{N_b}{t_b}} \quad (5)$$

式中：L_D——水中氚探测下限，Bq/L；

t_b——本底试样测量时间，min；

其余同公式（2）。

9.3.2 需要电解样品原始水样探测下限计算

$$L_D = \frac{4.65}{0.06 \times m \times E \times \eta_e} \sqrt{\frac{N_b}{t_b}} \quad (6)$$

式中：L_D——水中氚探测下限，Bq/L；

t_b——本底试样的测量时间，min；

其余同公式（3）。

使用公式（5）和公式（6）开展探测下限计算的前提为：待测试样和本底试样测量时间相等，采用泊松分布标准差，统计置信水平取 95%。

9.4 结果表示

对于小于 L_D 的水样，水中氚的分析结果用 $<L_D$ Bq/L 表示；对于其他样品，水中氚的分析结果用 $C \pm S$ Bq/L 表示。其中， C 为根据 9.2 中公式算得的水中氚活度浓度值， S 为按照待测试样多次测量计数率标准偏差算得的水中氚活度浓度标准偏差。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

6 个实验室对水中氚平均活度浓度为 0.45 Bq/L, 0.54 Bq/L, 4.59 Bq/L 的样品进行了分析：

实验室内相对标准偏差分别为：7.8%~25%，5.7%~19%，1.5%~12%；

实验室间相对标准偏差分别为：9.1%，6.9%，3.2%；

重复性限为：0.18 Bq/L，0.22 Bq/L 和 0.85 Bq/L；

再现性限为：0.20 Bq/L，0.23 Bq/L 和 0.89 Bq/L。

10.2 准确度

6 个实验室对水中氚活度浓度已知为 148.7 Bq/L、92.5 Bq/L 和 10.8 Bq/L 的样品进行了分析：

相对误差分别为：-4.1%~3.8%，-3.6%~6.4%，-11%~19%；

相对误差最终值： $(-0.12\% \pm 6.42\%)_{148.7\text{Bq/L}}$ ， $(1.07\% \pm 8.16\%)_{92.5\text{Bq/L}}$ ， $(4.72\% \pm 9.48\%)_{10.8\text{Bq/L}}$ 。

11 质量保证和质量控制

11.1 液闪质量控制

11.1.1 本底和效率校准刻度

定期使用本底试样和标准试样对仪器进行刻度，因试剂和材料、仪器和设备、测量环境的改变，导致根据公式（5）计算所得探测下限值变化在 0.1Bq/L 以上时，应重新刻度。

定期使用仪器自带无淬灭校验源开展探测效率测定，发现异常时，及时查找原因。

11.1.2 短期稳定性检验

用仪器厂家提供或自配的 ^3H 校验源/本底样，测量 61 个计数数据（如每组测定 10 分钟，循环 61 次），测量完成后，用 χ^2 检验法检验这 61 个计数数值是否符合泊松分布，置信度取 95%。泊松分布的检验方法参考 HJ/T 61 附录 C。

11.1.3 长期稳定性检验

用仪器厂家提供或自配的本底样，在相同测量条件下，收集 20 个左右的本底计数率数据（如每月收集 1~2 个数据，大约一年时间），计算这些数据的平均值和标准差，建立本底个值质控图。此后，每隔 20 天左右收集一个相同条件下的测量数据并把它点在图上，如果该点落在控制线之间，说明测量处于受控状态；如果该点落在控制线之外，或者出现七点连续下降或上升的情况时，说明测量有失去控制的倾向，应立即检查原因，予以及时纠正。

11.2 实验室内质量控制

按实验室管理体系要求，每批样品随机抽取 10%~15%的样品作平行样分析，每 20 个样品做一次加标样分析，平行样相对标准偏差应 $\leq \pm 5\%$ ，加标回收率应控制在 90%~110%。

11.3 实验室间质量控制

参加实验室间水中氚测量比对，验证方法的准确度和精密度是否在 10.1 和 10.2 所列范围之内，发现异常时，及时查找原因。

11.4 电解浓集装置

水样电解浓集过程中，使用的大电流会产生较大的热量，可能会引起水样的挥发，从而给电解参数带来误差，因而，需要定期对装置冷凝温度进行检查。

电解浓集装置应保持合适的标定频率（至少 2 次/年），以验证电解质和电解槽性能的稳定性，从而保证电解浓集因子、体积浓缩倍数和电解浓集回收率等指标的准确性。

12 废物处理

本标准实施过程中，分析流程产生的废物主要是已测计数瓶，因其中含有甲苯等溶剂和各种有机闪烁体，属于有机废物，分析人员应按照所在实验室质量/环境管理体系文件的规定，委托有资质的危废处理公司进行回收处置。

附录A

(资料性附录)

正确使用标准的说明

A.1 第 8.1 节中，水样蒸馏前加入的 KMnO_4 重量取决于杂质含量，可通过实验或经验确定；当水样中存在可能干扰测量的放射性碘和放射性碳时，蒸馏前需加入适量 NaOH 。

A.2 关于第 8.1 节样品处理时是否需要电解浓集の説明

A.2.1 从水样中氡活度浓度水平考虑，如果待测试样中氡含量较高，经过常压蒸馏后直接测量能得到满意的结果，可省去电解浓集步骤。

A.2.2 从测量目的考虑，在对活度浓度水平低于液闪探测限的环境样品中氡进行定量分析时，需要开展电解浓集；以监控为目的开展水中氡的分析时，水样可不经浓集处理。

A.3 在满足本标准其他分析流程要求的前提下，不限制“8.1 样品处理”中用于蒸馏的水样初始体积，例如：可以使用初始体积为 250 mL 的蒸馏瓶，对 150 mL 的初始水样进行蒸馏处理；“8.2 电解浓集”所述流程中，用于电解的馏出液初始用量依据装置实际情况而定，用于 SPE 电解的馏出液初始用量应尽量排除死体积对分析结果的影响。

A.4 8.2.1 节所述碱式电解浓集开始前，应首先调节好阳极位置，在电解槽中加入 20mL 1% (m/V) NaOH 溶液，将阳极插入电解槽，边上下调节阳极位置，边测量阴阳极间的电阻，当获得一个突然变小或变大的值时，通过仔细调节，在突然变化的那个位置上，用阳极上的两个螺母，把阳极管固定在法兰盘上；电解槽的起始电流范围，按阴极电流密度控制在 $0.1\sim 0.2\text{A}/\text{cm}^2$ 范围计算。

A.5 按 8.3 节步骤制备本底试样、待测试样和标准试样时，鼓励使用称量法对试样进行定量。但是，本标准不限制将经计量检定合格的移液枪和移液管用于试样定量。

A.6 8.4 节所述电解浓集装置标定结果，与电极材料、电解质、冷却水温度、电流密度、水样初始体积、浓集液体积以及电解方式等有关。开展待测水样电解时，上述参数以及电解过程中其他相关实施条件，应与标定时的参数和条件保持一致，否则，应重新对装置进行标定。应尽量选取电解前后计数率无明显变化的水样作为本底水。

A.7 第 8 章所述样品处理、制备试样等每一个可能引起样品间交叉污染的步骤中，操作要按先低水平，后高水平的顺序进行，以避免交叉污染。

A.8 开展相对高活度浓度样品，如核设施液态流出物样品中氡分析时，7.2 节所述样品采集量可减少，并可在第 8 章相关步骤中用本底水对样品进行稀释或减少待测试样重量。

附录B

(资料性附录)

碱式电解浓集装置示意图

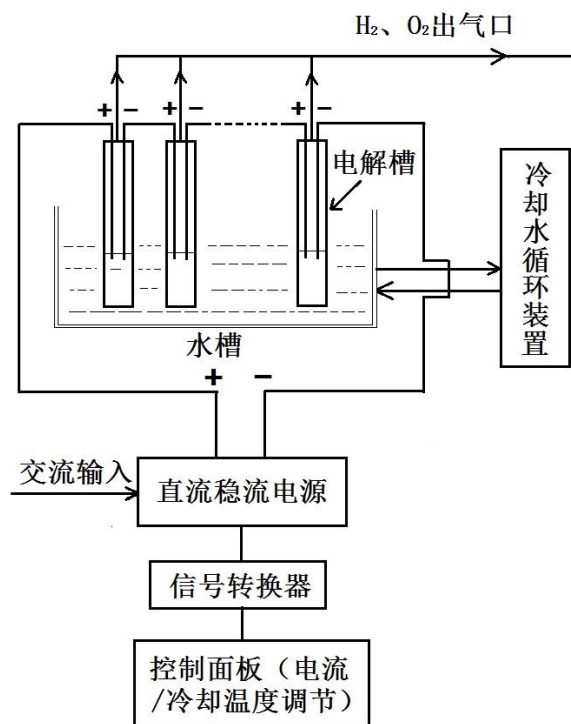
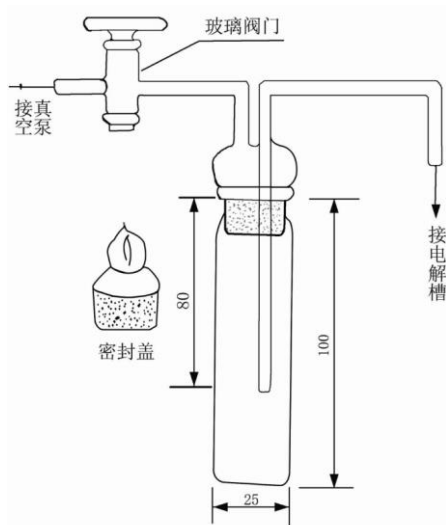


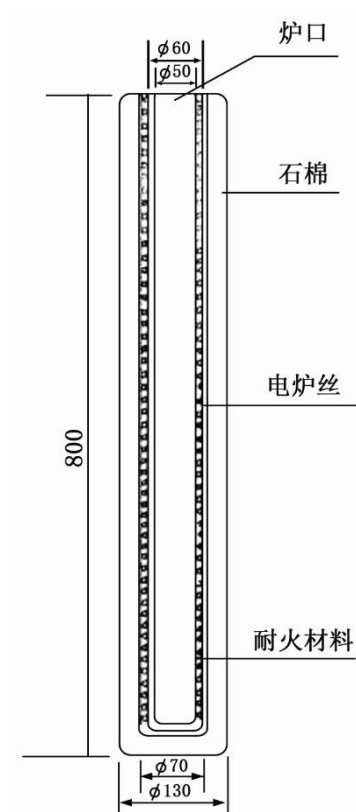
图 B. 1 碱式电解浓集装置结构示意图



说明：

1——图中标注数字单位为 mm。

图 B. 2 真空蒸馏收集瓶



说明：

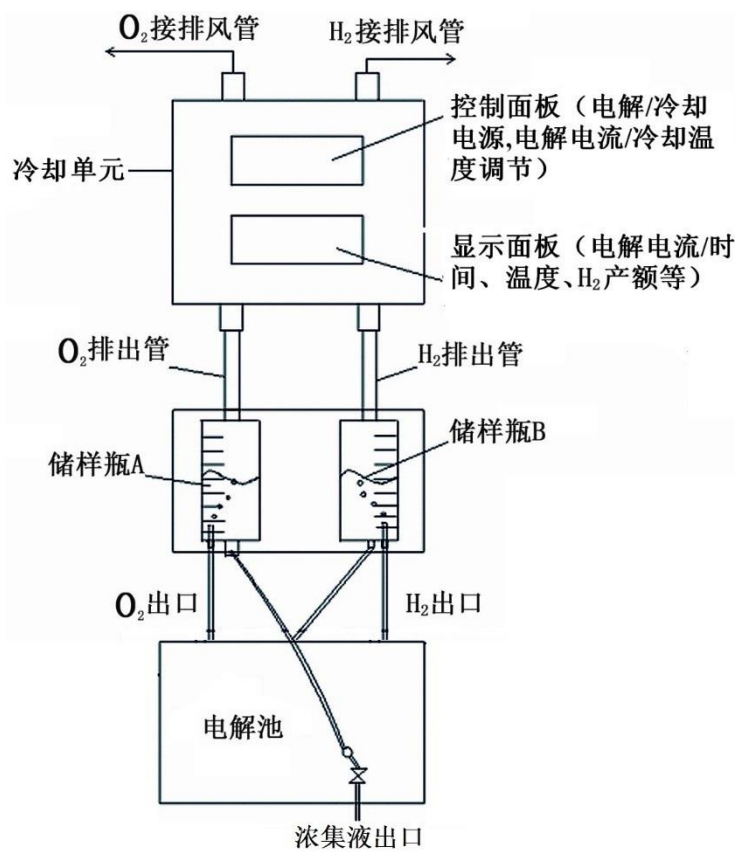
1——图中标注数字单位为 mm。

图 B. 3 井形电炉

附录C

(资料性附录)

SPE电解浓集装置示意图



图C.1 SPE电解浓集装置示意图

附录D

(资料性附录)

淬灭校正曲线的制作、使用及内标法概述

D.1 淬灭标准曲线由一系列活度值相同、淬灭指示参数递增/递减的标准物质制作。淬灭指示参数的逐瓶递增/递减通过加入淬灭指示剂实现，常用于氚测量化学淬灭校正的淬灭指示剂有 CCl_4 , CH_3NO_2 和 HNO_3 等。

D.2 淬灭校正曲线的制作步骤

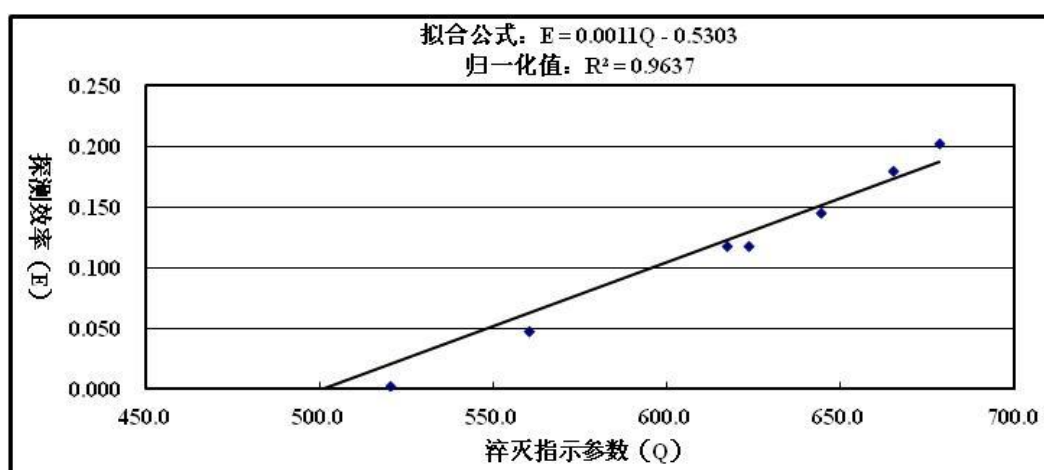
D.2.1 选择与待测试样相同的计数瓶。

D.2.2 用与待测试样相同的水样与闪烁液配比，按8.3.2和8.3.4节所述流程，分别配制10个本底试样和10个标准试样。

D.2.3 选择适当的淬灭指示剂。在每个标准试样中加入递增数量的淬灭指示剂，得到10个淬灭校正系列标准源；同时，在每个本底试样中加入递增数量的淬灭指示剂，得到10个淬灭校正系列本底。淬灭指示剂的用量以得到的淬灭校正曲线数据点尽量分布平均、且能够覆盖日常分析样品的淬灭指示参数范围为准。

D.2.4 用8.5节所述流程测量上述20个样品，记录每个淬灭系列标准源的淬灭指示参数 Q ，用9.1节公式（1）分别计算液闪对10个淬灭校正系列标准源的探测效率 E 。

D.2.5 以淬灭指示参数 Q 为横坐标，探测效率 E 为纵坐标，作出 Q - E 淬灭校正曲线。并使用数据拟合工具得到探测效率 E 与淬灭指示参数 Q 之间的拟合公式。图D.1为氚的某个测量体系淬灭校正曲线和拟合公式实例。



图D.1 淬灭校正曲线及拟合公式示例

D.3 淬灭校正曲线的使用：待测试样按正文所述流程完成分析后，根据其淬灭指示参数值 Q_c ，用上步所得拟合公式或者将该值插入淬灭校正曲线，可得到经校正后的探测效率 E 值，

并代入9.2节所列公式参与计算。

D. 4 除了通过淬灭校正曲线来校正探测效率外，也可以使用内标法。具体流程为：待测试样经液闪测量完毕后，往其中加入体积可以忽略的，一定活度浓度的氚标准溶液，使用液闪进行测量，通过内标试样与待测试样的计数率之差，代入已知的标样活度，可算得仪器对氚的探测效率，结合待测试样计数率和本底试样计数率，可算得待测试样中氚的活度浓度。由于加入的氚标准溶液体积可以忽略，待测试样与内标试样的淬灭程度可以认为是一致的，从而实现了淬灭校正。鉴于本底计数率扣除值的不确定性，内标法对于本底计数率可以忽略的高活度浓度水样较为适用。