

附件2

HJ

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□□-20□□

---

## 水中氚的分析方法

(征求意见稿)

Analysis method of tritium in water

(Draft for suggestion collection)

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□实施

---

生态环境部□□□□0□□布

## 目 次

前 言.....	III
1 适用范围.....	1
2 方法原理.....	1
3 术语和定义.....	2
4 试剂和材料.....	2
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	3
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	7
9 精密度和准确度.....	8
10 质量保证和质量控制.....	9
11 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 碱式电解浓缩仪器设备图（资料性附录）.....	12
附录 C SPE 电解浓缩装置示意图（资料性附录）.....	14
附录 D 淬灭校正曲线的制作与使用（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 12375-90）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《放射性测能法系列9 氚分析法》等国际标准。

《水中氚的分析方法》（GB 12375-90）首次发布于1990年，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：

- 增加了术语和定义、样品、废物处理等章节；
- 补充了电解浓缩装置的标定、淬灭校正曲线的制作与使用等关键技术细节；
- 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 12375-90）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（辐射环境监测技术中心）。

本标准生态环境部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□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分析的方法。

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测量，空气冷凝水、生物样品中组织自由水和核设施液态流出物中氚的测量也可参考此方法。

本方法探测下限为0.2Bq/L。

## 2 方法原理

向水样中加入高锰酸钾，进行常压蒸馏后，采用碱式电解浓缩或固体聚合物电解质（简称SPE）电解浓缩方法（不需电解样品略过此步），利用水中<sup>1</sup>H同位素比<sup>3</sup>H同位素更快被电解成气体的现象（<sup>1</sup>H：<sup>3</sup>H电解速度约为35:1），水样中的氚被浓集，浓集后的液体经中和及蒸馏处理（SPE电解浓缩略过此步）。将常压蒸馏馏出液或电解浓缩液与闪烁液按一定比例混合，样品中氚发射的β射线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低本底液闪谱仪内的光电倍增管探测，从而测得样品中氚的计数率，经本底、探测效率和电解浓缩因子校正后，得出水样中氚的活度浓度。

## 3 术语和定义

### 3.1 液体闪烁谱仪 **liquid scintillation spectrometer**

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的仪器，简称液闪。

### 3.2 电解浓缩因子 **electrolyte enrichment factor**

本标准中所称的浓缩因子，是指在电解浓缩装置标定时，所使用的工作标准溶液电解浓缩后的活度浓度（ $A_f$ ），除以工作标准液初始活度浓度（ $A_i$ ）所得的商，记作 $\eta_e$ 。

### 3.3 闪烁液 **scintillation cocktail**

使用液闪进行测量时，与样品进行混合的溶液，由闪烁体和溶剂组成，闪烁体又包含第

一闪烁体和第二闪烁体。

### 3.4 优值 **figure of merit**

表征液闪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CPM为单位的本底计数率（ $N_b$ ）得到，即 $FOM = (E \times 100)^2 / N_b$ 。

### 3.5 淬灭 **quench**

所有对辐射能量转换为计数瓶中释放出的荧光的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。

### 3.6 淬灭指示参数 **quench indication parameter**

指示样品淬灭水平的值，因液闪型号的不同，在测量结果中表示为SQP(E)、SIE、tSIE、ESCR、TDCR和SIS等数值。

## 4 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。

4.1 高锰酸钾， $KMnO_4$ 。

4.2 甲苯， $C_6H_5CH_3$ 。

4.3 第一闪烁体，2, 5-二苯基噁唑， $OC(C_6H_5)=NCH=C(C_6H_5)$ ，简称PPO，闪烁纯。

4.4 第二闪烁体，1, 4-[双-(5-苯基噁唑-2)]苯， $[OC(C_6H_5)=CHN=C]_2(C_6H_4)$ ，简称POPOP，闪烁纯。

4.5 氢氧化钠， $NaOH$ 。

4.6 乳化剂，TritonX-100(曲拉通X-100)， $C_8H_{17}(C_6H_4)(OCH_2CH_2)_{10}OH$ 。

4.7  $^3H$ 标准溶液，采用有证标准物质，不确定度 $\leq \pm 3\%$ 。

4.8 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。

4.9 二氧化碳。

4.10 液氮。

4.11 沸石或防爆沸玻璃珠。

## 5 仪器和设备

5.1 低本底液闪，在最大FOM下，仪器对水中氚的探测下限低于 $2.0 Bq/L$ 。

5.2 分析天平，感量 $0.1mg$ ，量程大于 $10g$ 。

5.3 蒸馏用玻璃圆底烧瓶， $1 L$ 。

- 5.4 蛇形冷凝管，250cm。
- 5.5 磨口塞玻璃瓶，500mL。
- 5.6 磨口塞玻璃瓶，125mL。
- 5.7 容量瓶，1 L。
- 5.8 计数瓶，聚乙烯、聚四氟乙烯或低钾玻璃材质，20mL。
- 5.9 碱式电解浓缩装置，参考附录B（资料性附录）。
- 5.10 SPE电解浓缩装置，参考附录C（资料性附录）。
- 5.11 电导率仪，测量范围 $0\sim 2\times 10^5 \mu\text{ s/cm}$ ，误差不超过1%。

## 6 样品

- 6.1 水样的采集参照HJ 61《辐射环境监测技术规范》。
- 6.2 为防止同位素交换，水样的贮存容器应该尽量为玻璃瓶，水样应该充满贮存容器以防止样品与空气中氡交换，对于需要电解的样品，样品量一般要求为1L以上；对于不需电解的样品，样品量应大于500mL。
- 6.3 为防止化学淬灭，用于氡分析的样品不能酸化，样品取回实验室后，应尽快分析。

## 7 分析步骤

### 7.1 蒸馏

- 7.1.1 取600 mL水样，放入蒸馏瓶（5.3）中，加入约1.0g高锰酸钾（4.1）。盖好磨口玻璃塞，装好蛇形冷凝管（5.4），开始常压蒸馏。
- 7.1.2 对用于碱式电解浓缩的样品，弃去约50毫升初始溜出液，将中间的500mL溜出液收集于磨口塞玻璃瓶（5.5）中，弃去最后的50mL溜出液，密封保存，待用。
- 7.1.3 对用于SPE电解浓缩的样品，用电导率仪（5.11）测量溜出液电导率，收集电导率低于 $5 \mu\text{ s/cm}$ 的馏出液约500mL于磨口塞玻璃瓶（5.5）中，密封保存，待用。记录收集的馏出液处于原始水样的哪一段。
- 7.1.4 对于不需电解的样品，放入蒸馏瓶（5.3）的初始水样体积为300mL，收集电导率低于 $5\mu\text{s/cm}$ 的馏出液约150~200mL，密封保存，待用。记录收集的馏出液处于原始水样的哪一段。
- 7.1.5 对于需要电解的样品，用碱式电解浓缩或SPE电解浓缩方法进行处理；对于不需电解的样品，则略过电解步骤。

## 7.2 电解浓缩

### 7.2.1 碱式电解浓缩

7.2.1.1 调节碱式电解浓缩装置（附录 B）阳极位置，使电解后剩下的浓缩液体积为 20mL。

7.2.1.2 将 500mL 蒸馏液（7.1.2），放入电解槽（图 B.1）中，并加入 2.5g 氢氧化钠（4.5）。

7.2.1.3 将电解槽放入冷却水箱，通自来水冷却。连接线路，接通电源，设置电解电流为 40~50A，开始电解。

7.2.1.4 电解结束后，向电解槽内缓慢地通入二氧化碳（4.9）20min。

#### 7.2.1.5 真空冷凝蒸馏

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

2) 再次称重收集瓶，确定浓缩液被蒸馏后的净重，待用。

### 7.2.2 SPE 电解浓缩

7.2.2.1 设置 SPE 电解浓缩装置（附录 C）停止液位的位置，使电解后剩下的溶液体积为 20mL。

7.2.2.2 向储样瓶中倒入 300mL 本底水，打开电解开关，对 SPE 电解浓缩装置（5.10）进行 10min 左右的清洗，打开放水阀门，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。

7.2.2.3 将 500mL 蒸馏液（7.1.3），倒入储样瓶内。

7.2.2.4 设置电解冷却系统温度为 1~2℃，开启冷却单元。

7.2.2.5 将电解电流设置为 40~50A，启动电解，电解浓缩液到达停止液位后，电解自动停止，一般需 2~3 天。

7.2.2.6 关闭电解电源和冷却单元电源，打开放水阀门，将浓缩液放入磨口塞玻璃瓶（5.6）中，待用。

7.2.2.7 重复 7.2.2.2 的清洗步骤，以备下次电解。

## 7.3 制备试样

### 7.3.1 闪烁液配置

7.3.1.1 溶剂：以 1 份乳化剂（4.6）与 2.5 份甲苯（4.2）的比例，配制适量溶剂，搅拌均匀后，放置待用。

7.3.1.2 闪烁液：称取 6.00g 第一闪烁体（4.3）和 0.30g 第二闪烁体（4.4），放入 1L 容量瓶（5.1）中，用溶剂（7.3.1.1）溶解并稀释至刻度。摇荡混合均匀后，放入棕色试剂瓶中保

存。

### 7.3.2 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的质量体积配比（g:mL），以 20mL 计数瓶为例，说明如下：

7.3.2.1 对于已知最高含水率的闪烁液，如标签上注明“最多可以在 10mL 闪烁液中合并 10mL 水”的商用闪烁液，可以在水样和闪烁液质量体积配比 10:10 以下，按照 1:19, 2:18, 3:17, ..., 10:10 的配比，分别配置 10 个本底试样和 10 个标准试样；

7.3.2.2 对于未知最高含水率的其它闪烁液，则可以按照 1:19, 2:18, 3:17, ..., 19:1 的配比，分别配置 20 个本底试样和 20 个标准试样；

7.3.2.3 按 7.5 节流程，分别测量以上本底试样和标准试样，按 8.1.1 节公式（1）算出探测效率 E，并计算出相应的 FOM，取 FOM 最大的质量体积配比，用于相应类型闪烁液的以下分析流程。

7.3.2.4 以下分析流程均基于 7.3.1 节所配置的闪烁液展开。使用其他闪烁液时，按 7.3.2.1~7.3.2.3 步所确定的闪烁液与试样配比，使用同样的步骤，开展后续分析流程。

### 7.3.3 制备本底试样

将本底水（4.8）按 7.1 节的步骤进行蒸馏，收集与待测水样对应的同段馏出液，用天平（5.2）称取 6.00g 馏出液于计数瓶（5.8）中，加入闪烁液（7.3.1.2）14.0mL，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。

### 7.3.4 制备待测试样

7.3.4.1 对于不需电解样品，用天平（5.2）称取 6.00g 馏出液（7.1.4）于计数瓶（5.8）中；对于碱式电解浓缩样品，称取 6.00g 处理后的浓缩液（7.2.1.5）于计数瓶（4.8）中；对于 SPE 电解浓缩样品，称取 6.00g 浓缩液（7.2.2.6）于计数瓶（5.8）中。

7.3.4.2 在以上计数瓶（5.8）中，分别加入 14.0mL 闪烁液（7.3.1.2），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。

### 7.3.5 制备标准试样

#### 7.3.5.1 工作标准溶液的配制

称取一定量的  $^3\text{H}$  标准溶液（4.7）于 1L 容量瓶中，用本底水稀释至 1L，作为工作标准溶液，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  $A_s$ 。

#### 7.3.5.2 试样制备



取 600mL 工作标准溶液（7.3.5.1），按 7.1 步骤进行蒸馏，收集同段馏出液。

用天平（5.2）称取 6.00g 以上馏出液于计数瓶（5.8），加入 14.0mL 闪烁液（7.3.1.2），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。

#### 7.4 电解浓缩装置的标定

7.4.1 按7.3.5.1节的流程配置标定用工作标准溶液，活度浓度控制在10Bq/L左右，记作 $A_i$ 。

7.4.2 按照7.2节的流程，开展电解浓缩，电解时加入的工作标准溶液初始体积和电解后剩余的浓缩液体积均与7.2节保持一致。

7.4.3 按照7.5.2节流程，测量以上浓缩液，并按8.2.1节公式（2）计算出其活度浓度，记作 $A_f$ 。

#### 7.5 测量

##### 7.5.1 仪器准备

###### 7.5.1.1 预热

液闪开机后，按照说明书要求，经过一段时间的预热，以达到正常工作状态。

###### 7.5.1.2 仪器测量道宽/能量窗口的选择

试样的测量结果，在低本底液闪中显示的是连续的 $\beta$ 谱，谱图以道址（最大为1024~4096不等）或能量（氚的能量范围为0~18.6keV）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 $\beta$ 射线，因而，需要选择合适的道宽或能量窗口。

不同的低本底液闪，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FOM，将最大的FOM对应的道宽/能量窗口，设置在测量用液闪的分析软件界面（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。

##### 7.5.2 样品测量

把制备好的试样[包括本底试样（7.3.3），待测试样（7.3.4）和标准试样（7.3.5），同时放入低本底液闪谱仪的样品室中。

依次设置测量模式（ $^3\text{H}$ ）、样品循环数和单次测量时间（一般为10次 $\times$ 100min，根据样品活度浓度不同可以适当调整）、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2~12h后，开始测量。

### 7.5.3 数据记录

7.5.3.1 按照 7.5.1.2 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  $N_b$ 、 $N_c$ 、 $N_s$ 。

7.5.3.2 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 结果计算与表示

### 8.1 仪器效率的计算

#### 8.1.1 直接计算

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

式中： $E$ ——液闪谱仪对氡的计数效率；

$N_s$ ——标准试样计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$N_b$ ——本底试样计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$m$ ——试样重量，g；

$A_s$ ——标准试样活度浓度， $\text{Bq/L}$ ；

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

#### 8.1.2 淬灭校正

当样品的淬灭指示参数  $Q_c$  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及本底试样不一致，不能直接用公式 (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。

淬灭校正曲线的制作与使用方法参考附录 D。

### 8.2 样品水中氡活度浓度计算

#### 8.2.1 不需电解水样/电解浓缩液中氡活度浓度计算

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

式中： $A$ ——水样中氡活度浓度， $\text{Bq/L}$ ；

$N_c$ ——试样计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

其余同公式（1）。

### 8.2.2 需要电解样品原始水样中氡活度计算

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

式中：A——水样中氡活度浓度，Bq/L；

$\eta_e$ ——电解浓缩因子， $\eta_e = A_t / A_i$ ；

其余同公式（2）。

### 8.3 方法探测下限的计算

#### 8.3.1 不需电解样品探测下限计算

$$L_D = \frac{4.65}{0.06 \times m \times E} \sqrt{\frac{N_b}{t_b}} \quad (4)$$

式中： $L_D$ ——水中氡探测下限，Bq/L；

$t_b$ ——本底试样测量时间，min；

其余同公式（2）。

#### 8.3.2 需要电解样品原始水样探测下限计算

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

式中： $L_D$ ——水中氡探测下限，Bq/L；

$t_b$ ——本底试样的测量时间，min；

其余同公式（3）。

## 9 精密度和准确度

### 9.1 精密度

6个实验室对水中氡活度浓度为0.45Bq/L、0.54Bq/L、4.59Bq/L的同一样品进行了测定：

实验室内相对标准偏差分别为：7.8%~25.2%，5.7%~18.9%，1.5%~12.2%；

实验室间相对标准偏差分别为：9.11%，6.85%，3.19%；

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。

## 9.2 准确度

6 个实验室对含氚浓度为 148.7Bq/L、92.5Bq/L 和 10.8Bq/L 的标准试样进行了测定：

相对误差分别为：-4.1%~3.8%，-3.6%~6.4%，-11.1%~18.5%；

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

## 10 质量保证和质量控制

### 10.1 电解浓缩装置

水样电解浓缩过程中，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。

SPE 电解浓缩的电解质必须定期更换。

电解浓缩装置应保持合适的标定频率，以保证电解浓缩因子的准确性。

### 10.2 低本底液闪质量控制

#### 10.2.1 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，当发生试剂和材料变化、仪器和设备变化、测量环境改变时，应重新刻度。

定期使用仪器自带无淬灭校验源开展效率测定，发现异常时，及时查找原因。

#### 10.2.2 短期稳定性检验

用仪器厂家提供或自配的  $^3\text{H}$  校验源/本底样，测量 61 个计数率数据（如每组测定 10 分钟，循环 61 次），测量完成后，用  $\chi^2$  检验法检验这 61 个计数率数值是否符合泊松分布，置信度取 95%。

#### 10.2.3 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（如每月收集几个数据，大约半年时间），由这些数据计算平均值和标准差，建立本底个值质控图。发现异常时，及时查找原因。

### 10.3 实验室内质量控制

按实验室管理体系要求，随机抽取 10%~15% 的样品作平行样分析；每年开展 1-2 次氘加标样分析，发现异常时，及时查找原因。

#### 10.4 实验室间质量控制

参加实验室间水中氘测量比对，验证方法的准确度和精密度，发现异常时，及时查找原因。

### 11 废物处理

本标准实施过程中，水中氘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 样品蒸馏前加入的  $\text{KMnO}_4$  的量，取决于样品中杂质含量，可通过实验或经验确定；当样品中存在可能干扰测量的放射性碘和放射性碳时，蒸馏前需在水样中加入适量  $\text{NaOH}$ 。

A.2 关于样品是否电解浓缩的说明

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

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氚进行定量分析时，需要开展电解浓缩。作为监控目的进行的水中氚的分析，可不经浓缩处理。

A.3 关于水样与闪烁液质量体积配比的说明

A.3.1 本标准不限制所使用的闪烁液种类，鼓励使用环境友好型、无毒和可降解闪烁液。

A.3.2 为方便描述，本标准 7.3.3~7.3.5 节按照闪烁液（7.3.1）开展了试样配置。但是，参考国内外水中氚监测开展的实际情况，本标准在 7.3.2 节明确了使用其他自配闪烁液或者商用闪烁液时，水样与闪烁液质量体积配比的确定方法。

A.4 碱式电解浓缩时，应首先调节好阳极位置，正确的调节方法是，先在电解槽中，加入 20mL 1% ( $m/V$ ) 氢氧化钠溶液，然后将阳极插入电解槽中，边上下调节阳极位置，边用万用表测量阴阳极间的电阻，当获得一个突然变小或变大的电阻值时，再仔细调节一下，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，阳极位置便可调节好了；采用与附录 B 中的电解槽面积不同的阴极时，可按阴极电流密度控制在  $0.1\sim 0.2\text{A}/\text{cm}^2$  范围，计算出新采用的电解槽的起始电流范围。

A.5 电解浓缩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、浓缩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相关其他实施条件，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。

A.6 在制备试样、蒸馏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，后高水平顺序进行，以避免交叉污染。

A.7 在测量相对高活度浓度氚样品，如核设施流出物样品中氚时，可以根据需要缩短测量时间或者采用稀释测量。

附录B  
 (资料性附录)  
 碱式电解浓缩仪器设备图

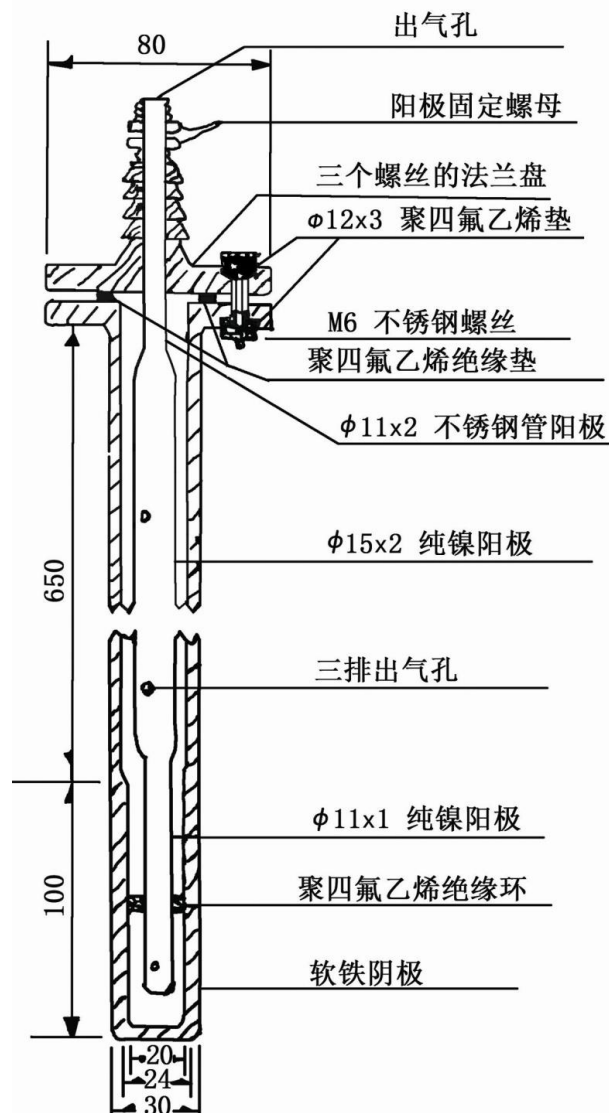


图 B.1 电解槽

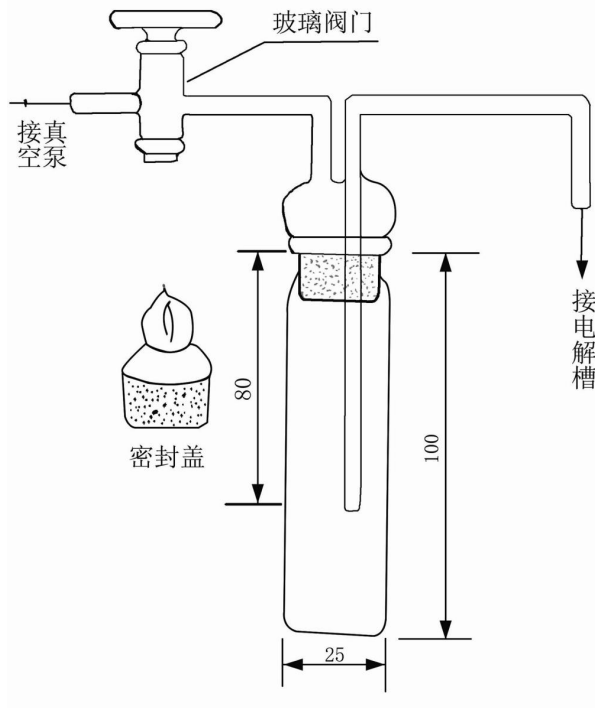


图 B.2 真空蒸馏收集瓶

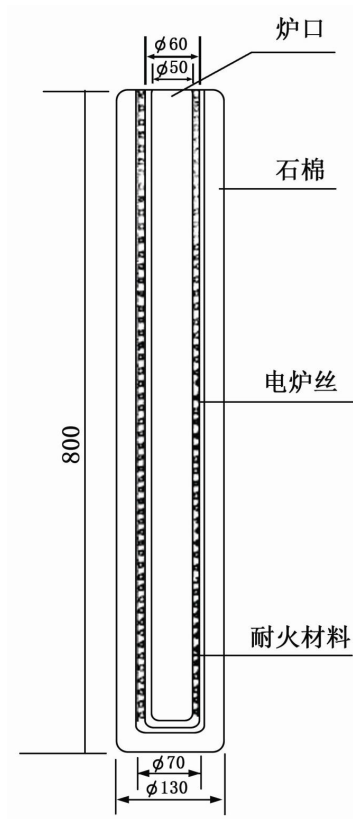
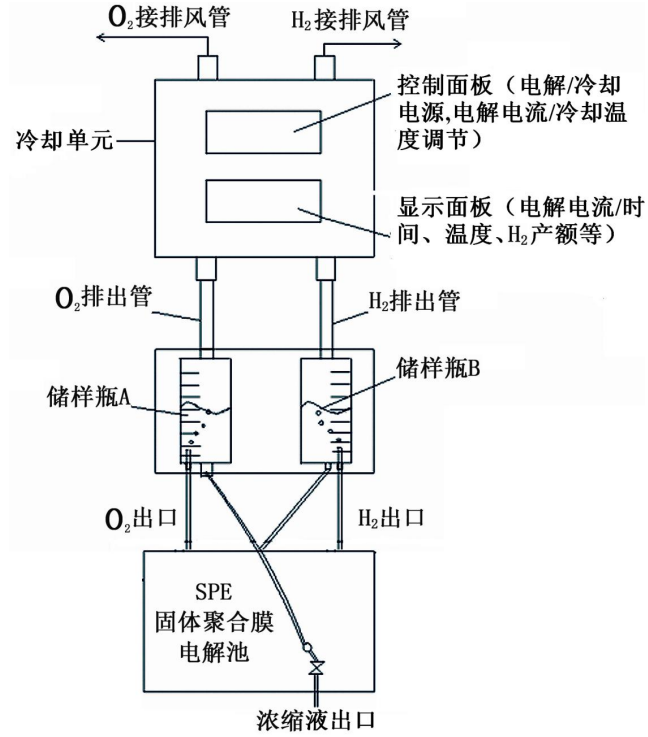


图 B.3 井形电炉



附录C  
 (资料性附录)  
 SPE电解浓缩装置示意图



图C.1 SPE电解浓缩装置示意图

附录D  
(资料性附录)

淬灭校正曲线的制作与使用

D.1 淬灭标准曲线由一系列活度值恒定、但是淬灭值递增/递减的标准物质制作。淬灭值的逐瓶递增/递减通过加入淬灭指示剂来实现的。常用于氡测量淬灭校正的淬灭指示剂有 $\text{CCl}_4$ 、 $\text{CH}_3\text{NO}_2$  和 $\text{HNO}_3$ 等。

D.2 淬灭校正曲线的制作分以下几个步骤：

D.2.1 选择与待测试样相同的计数瓶；

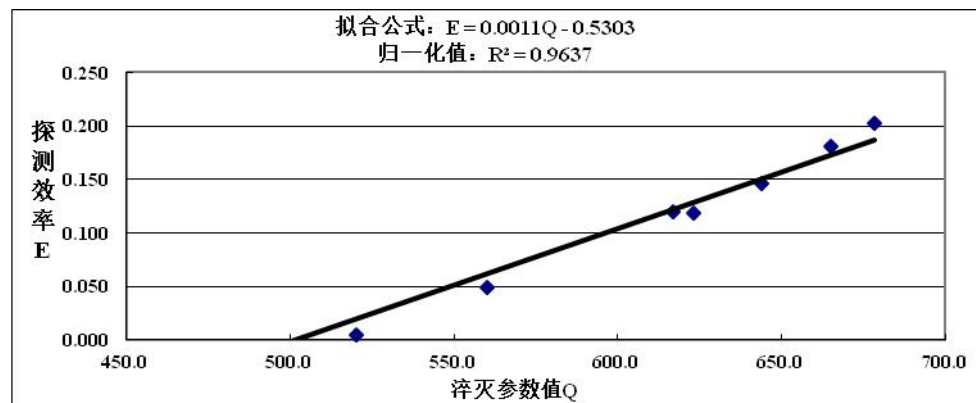
D.2.2 用与待测试样相同的闪烁液与样品配比，按6.3.3和6.3.5所述流程，分别配置10个相同的标准试样和10个相同的本底试样。

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同样量的淬灭指示剂，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的数据点尽量分布平均，且能够覆盖日常测量样品的淬灭指示参数范围为准。

D.2.4 用6.5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7.1.1公式（1）分别计算液闪谱仪对10个淬灭校正系列标准源的探测效率 $E$ 。

D.2.5 以淬灭指示参数为横坐标，探测效率为纵坐标，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为氡的某个测量体系淬灭校正曲线和拟合公式实例。

D.3 淬灭校正曲线的使用：待测试样根据本标准流程完成分析后，根据其淬灭参数值 $Q$ ，用上步所得拟合公式或者将该值插入淬灭校正曲线，得到经校正后的仪器对待测试样的探测效率值。



图D.1 淬灭校正曲线及拟合公式示例