

水中氡的分析方法

(征求意见稿)

编制说明

项目编号：1601

国标委编号：310

计划年度：2006年-2007年

编制单位：浙江省辐射环境监测站

编制人：张瑜

二〇〇八年十月

《水中氚的分析方法》（征求意见稿）

编制说明

一、 任务来源及计划要求

《水中氚的分析方法》（GB 12375-90）的修订由原国家环保总局核安全司、标准司提出，2007年初浙江省辐射环境监测站承担修订工作。具体计划要求见下表。

项目 统一编号	国标委 编号	项目名称	项目要求和说明
1601	310	水中氚的分析方法	修订 GB/T 12375—1990

二、 修改编制过程

2007年3月接受修订任务，成立了编制组，经过资料调研、专家咨询、论证，于2007年9月完成征求意见稿。2008年2月原环保总局办公厅发布《关于征求〈水中氚的分析方法（征求意见稿）〉等七项国家环境保护标准意见的函》（环办函【2008】89号）。根据各有关单位的反馈意见，于2008年4月初完成送审稿。2008年9月16日国家核安全局下发了“关于召开七项辐射环境监测标准审查会的通知”（国核安办[2008]152号），于9月22日-24日在北京组织召开了七项标准审查会。

现行国家标准《水中氡的分析方法》(GB 12375-90)是国家环境保护总局于1990年6月7日批准发布,1990年12月1日开始实施。该标准采用常压蒸馏,碱式电解浓缩,二氧化碳中和,真空冷凝蒸馏,制成蒸馏液,用低本底液体闪烁谱仪测量。为了规范执行《辐射环境监测技术规范》(HJ/T61-2001),结合实际工作中出现的新技术、新情况、新问题,对该标准方法进行修订是很有必要的。

经过初步调研修改工作所形成的征求意见稿向辐射监测相关单位征求了意见。被征求意见的单位主要有各省、自治区、直辖市环境保护局(厅),中国环境监测总站,中国环境科学研究院,中国环保产业协会,中国环境科学学会,各省、自治区、直辖市辐射环境监督(测)站,清华大学,中国原子能科学研究院,中国辐射防护研究院,中国计量科学研究院,核工业标准化研究所,青岛市环境监测中心站,国家质量监督检验检疫总局等。这些单位的反馈意见在2008年3月陆续返回,主要意见归纳如下:

- 1、根据国家环保总局与原国家质量技术监督局《关于环境标准管理的协调意见》,环境监测分析方法标准由两局联合发布,因此标准封面发布单位应为“国家质量监督检验检疫总局、国家环境保护总局”。
- 2、标准前言的表述按《国家环保标准制修订工作管理办法》(国家环保总局公告2006年第41号)附件十二规定,在资料性附录说明之下

增加或修改为：本标准为指导性标准；本标准由国家环境保护总局核安全司、科技标准司提出；本标准起草单位；删除起草人；本标准国家环境保护总局 年 月 日批准；本标准自 年 月 日起实施；本标准由国家环境保护总局解释。

3、规范性引用文件中导语的表述按《国家环保标准制修订工作管理办法》（国家环保总局公告 2006 年第 41 号）附件十二国定。

4、请在标准《编制说明》的封面列出国家环境保护标准制修订项目计划的年度及项目统一编号，以及对应的国标委 909 号文编号。在《编制说明》中明确计划来源和清理修订标准的需求。

5、征求意见单位应增加国家质量监督检验检疫总局。

6、建议对氚的刻度方法增加仪器的猝灭校正方法。

7、建议标准仅对闪烁液的成分作出要求。

8、标准 6.分析步骤部分，括号内所作表识与之对应内容完全不符，需重新确定修改。

9、建议标准中公式所涉及单位“计数/分”改为“cpm”。

10、建议标准删除“电解浓缩”这一步骤，适用范围增加海水、废液。

在标准（送审稿）的编制中，我们认真吸取了上述各条反馈意见。

在标准正文内容、格式、相应文字和附图都作了较大的调整，按要求

进行了修改。

部分反馈意见，斟酌后没有采用，主要考虑如下：

- 1、标准的适用范围“环境水”已包括海水、废液等。
- 2、因标准适用范围包括江河湖水等本底监测，各监测单位使用仪器规格不一致，“电解浓缩”这一步骤应保留。且标准在附录 A 中已说明“A1 如果待测试样中氚的浓度较高，或仪器的灵敏度足够高，用仪器直接测量，能得到满意的结果时，可以省去电解浓缩一步，样品经常压蒸馏，制样，直接用仪器测量即可。”
- 3、标准中闪烁液配制已包含了闪烁液的成分。
- 4、因“计数/分”与“cpm”所表示的单位相同，只是表述不同，为使本标准与其他国家标准保持一致，保留公式涉及单位“计数/分”。
- 5、样品在电解浓缩之前先蒸馏，降低其电导率，样品的猝灭程度相当，一般不需要进行仪器的猝灭校正。

三、 调研和分析工作的情况

本次修订等效采用了国家环境保护局的《水中氚的分析方法》（GB 12375-90）。修订过程中参照了国家环保总局 2004 年 12 月 9 日发布并实施的《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ/T168-2004）和《辐射环境监测技术规范》（HJ/T61-2001），国家质量技术监督局 1999 年 5 月 1 日开始实施的《测量不确定度评定

与表示》计量技术规范（JJF 1059-1999）和国家质量技术监督局计量司组编的《测量不确定度评定与表示指南》（中国计量出版社）。根据国内相关实验室实际工作情况对其部分内容作了修订。

四、 技术审查

环保部主持召开了标准技术审议会，参加技术审查的专家和部门代表有环保部科技标准司、核安全司、中核集团、中国环境标准所、中国辐射防护研究院、中国原子能科学研究院、核工业标准化所、四川省辐射环境管理监测中心站、广东省环境辐射研究监测中心、江苏省辐射环境监测管理站、吉林省辐射环境监督站、浙江省辐射环境监测站（标准修订项目承担单位）等有关科研、管理、使用等方面的人员。审议会纪要详见附件《水中氚的分析方法》（送审稿）国家环境保护标准审议会纪要。

标准审议委员会的各位专家对标准的技术内容和审查结论意见进行了充分的讨论和协商，形成如下一致意见：

（一）、《水中氚的分析方法》（送审稿）是在标准《水中氚的分析方法》（GB 12375 - 90）的基础上修订而成，符合项目修订要求。

（二）、该标准修订过程中，参照了国内外最新技术进展，结合了原标准实施中发现的问题和实践经验，并采纳了有关单位的合理意见。该标准主要技术内容科学、合理、可行。

（三）、该标准格式符合《国家环保标准制修订工作管理办法》的规定。

（四）、该标准需要对以下内容进行进一步的修订和完善：

1、标准的正文以“直接测量”内容为主，“电解浓缩”部分放入附

录中说明。正文其他部分做相应调整；

2、补充可采用市售闪烁液的技术要求；

3、对“制样”部分作必要的修改；

4、在“测量”章节中增加“淬灭校正方法”以及仪器刻度方法的内容；

5、增加“空白实验”内容，并有明确要求；

6、界定可进行直接测量方法的适用范围，必要时应进行实验；

7、术语、单位、公式及文字表述应进一步规范。

承担单位根据专家审查意见进行修改，再次征求专家意见。

五、 主要技术内容的说明

根据专家审查意见，对送审稿进行了修改。本标准与原标准相比，主要变化如下：

1、将“电解浓缩”部分放入附录中说明，标准正文以“直接测量”内容为主。

由于对绝大部分环境水样氚的测量，可以用反映最新技术水平的低本底高灵敏度液闪计数器。所以将原标准的“电解浓缩”部分放入附录中说明，正文部分以“直接测量”为主。

对正文其他部分作相应的修改，将与“电解浓缩”相关部分放在附录中说明。

2、对“分析步骤”部分作必要的修改。

将“常压蒸馏”表述部分修改为“向蒸馏瓶中加入 0.3g 高锰酸钾（3.1）和 1.5g 氢氧化钠（3.2）”，对待测样品进行碱处理是为了防止其他放射性核素，诸如放射性碘和放射性碳不致与氚被一道蒸馏。

降低了高锰酸钾的用量。

目前国内常用的一种闪烁液制备方法是 7.00gPPO 和 3.5gPOPOP，放入 1000mL 容量瓶内，用 1 份曲拉通 Triton X-100 与 2 份甲苯的比例适量配制的溶剂并稀释至刻度。样品测量为 8mL 水样 +12mL 闪烁液。这与原国家标准中推荐的闪烁液配备方法不同，据此，修改了标准中闪烁液的配制方法。鉴于目前国内许多实验室直接使用国外进口的商品类闪烁液，在修订标准中增加了以下表述“使用市场上可以购到的商品闪烁液，应尽量选用低毒性、高闪点、溶解性好的安全高效产品。用户有责任检验每一种替代闪烁液的可接受性，并了解该商品闪烁液的性能与最佳使用条件。”

3、“测量”部分增加“淬灭校正方法”、“空白实验”和“防止交叉污染”内容。

在 6.1 “仪器准备”部分增加了表述“仔细选择并确定氚测量的能量道宽，使仪器的测量道对所测氚样品的灵敏度优值达到最大。”增加了 6.5 “空白实验”“每当更换试剂时，应进行空白试验；每批样品分析时，应进行空白试验；应定期进行空白试验。”和 6.6 “防止交叉污染”“在操作过程中，例如制备试样、蒸馏等每一可能引起样品间交叉污染的步骤中，要注意避免交叉污染。操作要按先低水平，后高水平顺序进行。”

4、“电解浓缩”装置增加了“固体聚合膜自动电解浓集装置”。

聚合膜（SPE）阳离子交换树脂膜，被水饱和后是一种极好的离子导体，其固定基为阴离子，迁移活性基为阳离子。进行电化学反应

时，反应水（纯水）在催化阳极分解，与此同时，氧负离子在阳极放出电子，产生氧气，正氢离子在电场力作用下，以水合离子的形式穿过 SPE 阳离子交换膜，到达电催化阴极，在此吸收电子，放出氢气。因此该装置用于水样的电解浓集，操作简单，由于不存在任何溶质残留物，水的体积浓缩率不存在极限；产生的氧气和氢气分别被半渗透膜隔离不会产生爆鸣气体，安全性高；可进行大电流电解，缩短电解时间。

5、增加了目次和前言。

国家环保总局 2004 年 12 月 9 日发布并实施的《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ/T168-2004）中第六节“环境监测分析方法标准的构成”中提到环境监测分析方法标准的构成要素分为必备要素和可选要素，在表 1 中所列的 21 个要素中，有 11 个为必备要素。《水中氟的分析方法》（GB 12375-90）中均缺少了其中的目次和前言，经本次修订，对所缺 2 个要素进行了增补。

6、对标准中部分术语、单位、公式及文字表述进行了规范。

五、参考资料清单

- 1、GB1.1 中华人民共和国国家标准 《标准化工作导则》
- 2、HJ/T168-2004 《环境监测分析方法标准制订技术导则》
- 3、HJ/T61-2001 《辐射环境监测技术规范》
- 4、（JJF 1059-1999） 《测量不确定度评定与表示》
- 5、《测量不确定度评定与表示指南》（中国计量出版社）