



团 体 标 准

T/XXX XXXX—XXXX

环境水中碘-131 的测定 现场滤芯吸附 γ 能谱法

Determination of Iodine-131 in Environmental Water by In Situ Filter Cartridge
Adsorption and Gamma Spectrometry

(征求意见稿)

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

发 布

目 次

前言 II

1 范围 3

2 规范性引用文件 3

3 术语和定义 3

4 方法原理 3

5 试剂和材料 3

6 仪器和设备 4

7 样品 4

8 分析步骤 4

9 结果计算与表示 5

10 精密度与准确度 6

11 质量保证和质量控制 6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由上海市环境保护产业协会归口。

本标准由上海市辐射环境安全技术中心提出。

本文件起草单位：上海市辐射环境安全技术中心、华东师范大学。

本文件主要起草人：陈博贤、王锦龙、金峰、张轶、忻智炜、曾健宇、严澄杰、韩刚、毕倩倩、可愚。

首批承诺执行本文件的单位：上海市辐射环境安全技术中心、华东师范大学、复旦大学放射医学研究所、上海市计量测试技术研究院有限公司、国家海洋局东海环境监测中心。

环境水中碘-131 的测定 现场滤芯吸附 γ 能谱法

1 范围

本标准适用于环境地表水、水源地水、海水中碘-131核素活度浓度的分析。污水处理设施进出水可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）

GB/T 11713 高纯锗 γ 能谱分析通用方法

GB/T 16145 环境及生物样品中放射性核素的 γ 能谱分析方法

HJ 61 辐射环境监测技术规范

HJ 1127 应急监测中环境样品 γ 核素测量技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 能量刻度 energy calibration

确定 γ 能谱仪系统 γ 射线能量和道址间的对应关系的过程。

3.2 效率刻度 efficiency calibration

在给定测量条件下，建立 γ 射线能量与碘-131（本标准采用钡-133）的刻度系数。

3.3 本底 background

无被测辐射源(样品)时，其他因素，如宇宙射线、放射性污染、电磁干扰等在所研究的谱的能量区间造成的计数。

4 方法原理

使用载有亚铁氰化银的聚丙烯化纤吸附柱富集水中的碘-131，使用高纯锗 γ 谱仪测量。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。试剂中的放射性物质的活度应保证空白样品测的计数率不超过探测仪器本底的统计误差。

5.1 硝酸铜（ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）：分析纯，质量分数不低于 95%

5.2 氰化铁（ $\text{Fe}(\text{CN})_6$ ）：分析纯

5.3 硝酸银（ AgNO_3 ）：分析纯

5.4 十二烷基苯磺酸钠（ $\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NaO}_3\text{S}$ ）溶液：0.3 g/L

5.5 盐酸（ HCl ）溶液：0.5 mol/L

5.6 氢氧化钠（ NaOH ）溶液：0.5mol/L

5.7 聚丙烯纤维滤芯：滤径 $5\mu\text{m}$

5.8 亚铁氰化银 (AgFC) 富集柱：将未经处理的聚丙烯纤维滤芯 (5.7) 置于烧杯中， 60°C 下，依次在十二烷基苯磺酸钠溶液 (5.4)、盐酸溶液 (5.5)、氢氧化钠溶液 (5.6) 中浸泡 12 h，浸泡后的聚丙烯纤维滤芯用去离子水洗涤数次直至洗涤残液 pH 在 6.5~7.5 范围内，洗涤后将滤芯于 60°C 下烘烤 12h，烘干后的滤芯在 5 g/L 亚铁氰化钾溶液中浸泡 30min，然后适 2L 硝酸铜 (1.15g/L) 和硝酸银 (0.075g/L) 混合溶液在 12~14 L/min 下与聚丙烯纤维滤芯上形成 CuFC/AgFC 颗粒，循环直至混合溶液接近清澈。最后，将制备完成的 CuFC/AgFC 富集柱取出后，在 60°C 下烘干备用。富集柱制备完成后，取 10mL 硝酸铜和硝酸银剩余溶液，逐滴滴加 1mL 0.1mol/L NaCl 溶液，发现均未生成白色沉淀，且 AgCl 溶度积 (K_{sp}) 为 1.8×10^{-10} ，可认为剩余溶液中 Ag^{+} 的量小于 $1.8\times 10^{-8}\text{mol}$ ，有 99% 的银被负载于富集柱上。

5.9 钡-133 标准溶液：10~30Bq/g

6 仪器和设备

6.1 高纯锗 γ 能谱仪：性能和技术指标除执行 GB/T 11713 的相关规定外，探测器的相对探测效率一般应不小于 30%。

6.2 分析天平：精度 0.1mg。

6.3 抽滤装置：蠕动泵、过滤装置等。

6.4 流量计：机械水平旋翼式流量计。

6.5 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集与保存

快速富集装置示于图1。水体先通过过滤装置，除去颗粒物（水体流速不超过6.25L/min）。

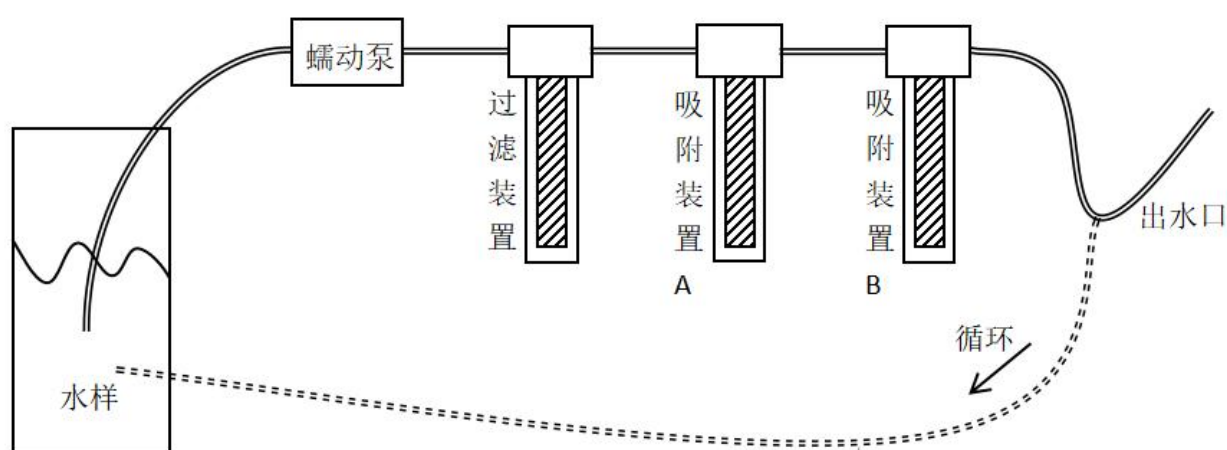


图1 碘-131 快速富集装置示意图

7.2 样品的制备

直接将富集柱用厚度不超过2mm的塑料薄膜包裹，以圆柱竖立方式在低本底高纯锗 γ 谱仪上测量。探测效率采用涂抹有标准物质（碘-131或钡-133）的“标准柱”进行确认。

8 分析步骤

8.1 γ 谱仪能量刻度

能量刻度执行 GB/T 11713 的相关规定。刻度时记录能量为477.6 keV、1460.8 keV的道址。

8.2 γ 谱仪效率刻度

相对比较法：对于待测样品与效率刻度标准源的几何形状相同，性状相似，所分析的核素或 γ 射线能量相同的情况，则该能量 γ 射线的全能峰探测效率可直接用于相对比较法的刻度。

8.3 样品测定

8.3.1 标准样品（相对法）测定：使用在空白 AgFC 富集柱上滴注 10~50Bq/g（钡-133）的标准溶液 1mL，并涂抹均匀，使用塑料薄膜包裹后，直接放置于高纯锗 γ 能谱计数，确定特征峰效率。

8.3.2 采样效率测定：通过串联两个相同的亚铁氰化银（AgFC）富集柱，对于两个柱子碘-131 的活度分别进行测量，通过计算得到碘-131 的采样效率。

8.4 空白试验

计算空白样品的计数率，通过检验其与仪器的本底计数率在95%的置信水平下是否有显著性的差异，若存在显著性差异，则采用空白试剂的本底计数率代替仪器本底计数率。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

$$A = \frac{\left(\frac{N_s}{T_s} - \frac{N_b}{T_b}\right)}{V_n \times p \times \varepsilon_n \times \varepsilon_0} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

A—碘-131 活度浓度，Bq/L；

N_s —样品中碘-131 特征峰的净计数；

p —0.364 MeV全能峰的发射几率，可取 81.1%；

T_s —样品测量活时间，s；

N_b —本底中碘-131特征峰的净计数；

T_b —本底测量活时间，s；

V_n —标准状态下的采样体积，L；

ε_n —碘-131特征峰效率， $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$ （可用钡-133代替测量）；

ε_0 —碘-131采样效率。

9.2 探测下限

$$LLD = \frac{4.66 \times \sqrt{N_b}}{T_s \times V_n \times p \times \varepsilon_n \times \varepsilon_0} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

N_b —本底中碘-131特征峰的净计数；

T_s —样品测量活时间，单位为秒（s）；

V_n —标准状态下的采样体积，单位为升（L）；

p —0.364 MeV全能峰的发射几率，可取 81.1%；

ε_n —碘-131特征峰效率， $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$ （可用钡-133代替测量）；

ε_0 —碘-131采样效率。

9.3 采样效率

$$\varepsilon_0 = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \dots \dots \dots (1)$$

式中： ε_0 —碘-131 采样效率；

A_1 —吸附装置A滤柱中碘-131活度浓度，Bq/L；

A_2 —吸附装置B滤柱中碘-131活度浓度，Bq/L。

9.4 结果表示

当测定结果大于探测下限，结果表示为核素活度浓度、相应的扩展不确定度和包含因子，本标准的扩展不确定度是包含概率为95%时的不确定度，即包含因子为 2。

当测定结果小于探测下限时，表示为“<LLD”并注明探测下限。

9.5 不确定度评定

9.5.1 不确定度

$$u_C(A) = \sqrt{\frac{1}{V_n^2 \times p^2 \times \varepsilon_n^2 \times \varepsilon_0^2} \times \frac{N_s + N_b}{T_s^2} + A^2 \times \left[\frac{u^2(V_n)}{V_n} + \frac{u^2(p)}{p} + \frac{u^2(\varepsilon_n)}{\varepsilon_n} + \frac{u^2(\varepsilon_0)}{\varepsilon_0} \right]} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $u_C(A)$ —测定结果的不确定度；

N_s —样品中碘-131 特征峰的净计数；

N_b —与 N_s 对应的本底中碘-131特征峰的净计数；

p —0.364 MeV全能峰的发射几率；

T_s —样品测量活时间，s；

V_n —标准状态下的采样体积，L；

ε_n —碘-131特征峰效率， $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$ （可用钋-133代替测量）；

ε_0 —碘-131 采样效率；

A —碘-131活度浓度，Bq/L。

9.5.2 扩展不确定度

$$U = k \times u_C(A) \dots\dots\dots (1)$$

式中： U —测定结果的扩展不确定度；

k —包含因子，取 2，包含概率为 95%；

$u_C(A)$ —测定结果的不确定度。

10 精密度与准确度

10.1 精密度

4个实验室分别对活度为 0.01Bq/L、0.1Bq/L、1Bq/L的碘-131标准样品进行了测定：

实验室间相对标准偏差分别为：21%，16%，12%；

实验室内相对标准偏差范围分别为：（11%~34%），（0.8%~4.9%），（0.5%~5.9%）。

10.2 准确度

3个实验室分别对活度为0.1Bq/L的2组碘-131标准样品进行了测定：

相对误差为：0.1 %~4.2 %，0.8 %~5.5 %。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每更新一批新试剂时需进行全过程空白试剂测定。

11.2 校准控制指标要求

每月至少测定一次 γ 能谱仪本底，测量时间一般不小于 24 小时。

11.3 废物处置

实验中产生的废液或废渣应按有关要求安全处理。

11.4 注意事项

碘-131半衰期为8.02天，应在样品采集后对样品及时开展测量，计算结果时应考虑采样及测量过程中碘-131的衰变。