

EJ

中华人民共和国核行业标准

EJ/T 1008—96

空气中¹⁴C 的取样与测定方法

1996-04-18 发布

1996-08-01 实施

中国核工业总公司 发布

1 主题内容与适用范围

本标准规定了空气中¹⁴C的取样与测定方法。

本标准适用于环境空气中¹⁴C的取样与活度浓度测定方法。探测下限低于环境空气中¹⁴C的放射性本底水平 0.04Bq/m³ 空气。

本标准对核设施厂房内空气及烟囱流出物中¹⁴C浓度的测定也可参照使用。

2 方法概述

用抽气泵抽取一定体积的空气,通过高温氧化铜或铂催化剂床及其后接的装有 NaOH 碱液的吸收瓶,使取样空气中原有的 CO₂ 和由 CO 氧化生成的 CO₂ 完全被碱液吸收捕集。使溶液中被吸收的 CO₂ 转化为 CaCO₃ 沉淀,用乳化闪烁液的固体悬浮物测量技术直接测定 CaCO₃ 粉末其中¹⁴C 的比活度,从而估算出空气中¹⁴C 的活度浓度。本方法对 Na₂CO₃ 转化为 CaCO₃ 沉淀的化学回收率高于 98%,对于标样的 CaCO₃ 粉末液闪计数的相对标准偏差小于 ±3.0%。

3 试剂

除非另有说明,所有试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,水为蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 氢氧化钠;NaOH

3.2 氯化铵;NH₄Cl

3.3 乙醇;C₂H₅OH

3.4 氯化钙饱和溶液;CaCl₂

3.5 碳-14 标准碳酸钠;Na₂¹⁴CO₃

3.6 氢氧化钠溶液;C(NaOH)=2mol/L

3.7 氯化铵溶液;20%(M/V)

3.8 甲苯-TritonX-100 乳化闪烁液

配制方法:0.4% 2,5-二苯基恶唑 PPO 和 0.03% 1,4-双-[5-苯基恶唑基-2]-苯 POPOP 甲苯溶液与乳化剂乙二醇聚氧乙稀异辛基酚醚 Triton X-100 体积比 2.5:1。

4 仪器与设备

4.1 烘箱

中国核工业总公司 1996-04-18 批准

1996-08-01 实施

- 4.2 分析天平,感量 0.1mg
- 4.3 研钵
- 4.4 滴定管 0~50mL
- 4.5 漏斗 $\Phi 75\text{mm}$
- 4.6 吸收瓶 100mL
- 4.7 烧杯 500mL
- 4.8 空气采样泵
- 4.9 转子流量计或累积气体计量器与流量调节器
- 4.10 催化床及加热外套
- 4.11 温度控制器
- 4.12 液体闪烁计数器或液闪谱仪,本底小于等于 20 计数/分

5 采样

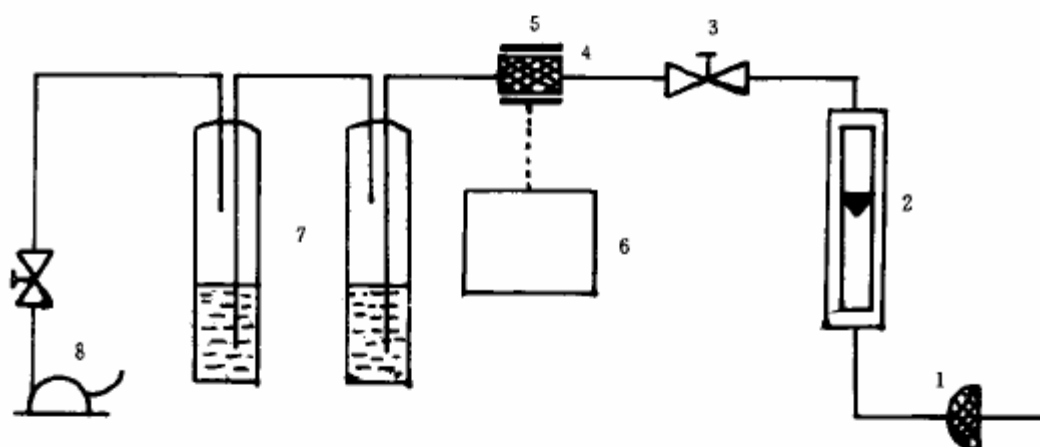


图 1 空气中 ^{14}C 取样装置原理示意图

1—粒子过滤器;2—流量计;3—流量调节器;4—催化床;
5—电加热器;6—温控仪;7—吸收瓶;8—抽气泵

5.1 取样系统如图 1 所示。该取样系统由下列部件构成:转子流量计与调节器(4.9),高温催化床(4.10),分别装有 2molNaOH 溶液约 75mL 的 2 个串接细长多孔鼓泡器吸收瓶(4.6),空气采样泵(4.8)及其连接件。

5.2 采样应在建筑物外距离地面 1m 以上的高度进行,催化床温度应控制在 500°C 左右,以保证使空气中可能存在的 CO 全部转变为 CO_2 。调节取样空气流小于等于 $1\text{L}/\text{min}$,根据液闪谱仪的探测灵敏度与空气中 ^{14}C 的浓度水平选择适当的取样时间,使总的累积取样空气体积 $3\sim 4\text{m}^3$ 。由转子流量计在采样开始和末了所指示的空气流量的平均值乘以采样时间得到总的累积采样空气体积,必要时需校正压强变化对流量读数的影响。

5.3 采样结束后,应将碱液吸收瓶从取样装置中拆下,将吸收瓶进出气孔密封,送回实验室待处理。

6 样品制备方法

- 6.1 在实验室里,将2个吸收瓶(4.6)中的吸收碱液倒入烧杯(4.7)中,对每个吸收瓶分别加入10mL蒸馏水进行清洗,并将清洗液也一并倒入烧杯(4.7)中。
- 6.2 在烧杯(4.7)内的吸收碱液中加入约49mL 20%的 NH_4Cl 溶液(3.7)。
- 6.3 用滴定管(4.4)缓慢滴加饱和 CaCl_2 溶液(3.4),使 CaCO_3 沉淀完全析出。
- 6.4 抽吸过滤。弃去上清液,用蒸馏水和乙醇(3.3)反复洗涤 CaCO_3 沉淀物三次,以消除 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 可能产生的影响。
- 6.5 将滤纸上纯净的 CaCO_3 沉淀放入烘箱(4.1)内,在 100°C 下烘干,取出冷却到室温后用天平(4.2)称重,记录生成 CaCO_3 的重量。
- 6.6 将烘干称重后的 CaCO_3 用研钵(4.3)研磨成粉状,保存在干燥器中备用。
- 6.7 从制备的 CaCO_3 粉末中用天平(4.2)称取4.000g放入20mL计数瓶中,加入4.5mL水摇匀,再加入10.5mL甲苯-Triton X-100闪烁液(3.8),加盖密封。
- 6.8 将加好闪烁液样品的计数瓶用力将计数瓶振荡1min,静置暗适应2h后在液闪谱仪上进行计数测量。计数时间应控制在95%置信水平下,计数统计误差不大于 $\pm 10\%$ 。

7 标定方法

- 7.1 取适量已知活度的 $\text{Na}_2^{14}\text{CO}_3$ 加入已知浓度的 Na_2CO_3 溶液中,用 NH_4Cl 溶液将pH值调至10~11。在搅拌下缓慢加入饱和的 CaCl_2 溶液至 CaCO_3 完全沉淀,将 CaCO_3 过滤洗涤,于 105°C 下烘干,研磨制粉后置于干燥器中备用。按照样品制备的程序和要求,称取适量的 $\text{Ca}^{14}\text{CO}_3$ 标准粉末进行液闪计数测量,标定仪器的计数效率。 $\text{Ca}^{14}\text{CO}_3$ 标准粉末的比活度一般控制在 $2 \times 10^3 \text{Bq/g}$ 左右。
- 7.2 用与样品等量的分析纯 CaCO_3 试剂(石油及无机矿物制品),制成液闪样品测定仪器的本底。

8 结果计算

空气中 ^{14}C 的放射性浓度计算公式如下:

$$C = \frac{M}{60 \cdot E \cdot W \cdot V \cdot \eta} \left[(n_c - n_b) \pm \left(\frac{n_c}{t_c} + \frac{n_b}{t_b} \right)^{1/2} \right] \dots\dots\dots (1)$$

式中: C ——空气中 ^{14}C 的放射性浓度, Bq/L ;

W ——测 CaCO_3 样品的重量, g ;

M ——由吸收 CO_2 的碱液生成的 CaCO_3 总重量, g ;

η ——吸收碱液对 CO_2 的捕集效率, %;

V ——取样空气体积, L ;

n_c ——样品计数率, 计数/ min ;

n_b ——本底计数率, 计数/ min ;

t_c ——样品计数时间, min ;

t_b ——本底计数时间,min;

E ——样品在液闪谱仪 ^{14}C 道的计数效率,%。

附录 A

正确使用标准的说明

(参考件)

由于取样空气流量变化对测定结果的准确性有较大的影响,对于长周期的累积取样,可能的话建议在取样装置的流量调节器 3 和转子流量计 2 之间接入空气累积流量计。

附加说明:

本标准由核工业总公司安防环保卫生局提出。

本标准由中国辐射防护研究院负责起草。

本标准主要起草人:杨怀元。