

环境监测方法标准汇编

土壤环境与固体废物

(第3版)

中国标准出版社 编

 中国标准出版社

环境监测方法标准汇编

土壤环境与固体废物

(第3版)

中国标准出版社 编

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

环境监测方法标准汇编. 土壤环境与固体废物/中国标准出版社编. —3 版. —北京:中国标准出版社, 2014. 11
ISBN 978-7-5066-7592-5

I. ①环… II. ①中… III. ①环境监测-标准-汇编-中国②土壤监测-标准-汇编-中国③固体废物-监测-标准-汇编-中国 IV. ①X83-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 160510 号

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 46 字数 1 471 千字
2014 年 11 月第三版 2014 年 11 月第四次印刷

定价 180.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



第3版出版说明

环境监测是环境管理工作中一个重要的、不可缺少的组成部分。通过对环境质量的检测,可以判断某一地区的环境质量状况是否符合国家的规定,可以预测环境质量的变化趋势,为预防环境质量恶化提供科学依据。

环境监测方法标准是评价一个地区环境质量优劣和评价一个企业对环境影响的基本依据,是获取正确的环境质量信息和评价环境质量的重要手段和基础。

《环境监测方法标准汇编》于2007年首次出版,《环境监测方法标准汇编(第2版)》各分卷于2009年、2010年相继出版。

近年来,国家标准化管理委员会等部门颁布了一批新的环境监测方法标准,同时有些标准被替代或作废,为此,我们在上一版的基础上对《环境监测方法标准汇编》进行了重新编辑出版。

《环境监测方法标准汇编(第3版)》共分为4卷,分别为《环境监测方法标准汇编 放射性与电磁辐射(第3版)》《环境监测方法标准汇编 土壤环境与固体废物(第3版)》《环境监测方法标准汇编 空气环境(第3版)》《环境监测方法标准汇编 水环境(第3版)》。本卷《环境监测方法标准汇编 土壤环境与固体废物(第3版)》收集了截至2014年5月底前批准发布的土壤环境监测方法标准48项,固体废物监测方法标准21项,共69项。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB或者GB/T),年代号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对。)

本汇编目录中,凡标注节选的标准,均只包含原标准的部分相关内容。如需该标准中其他内容,请参考该标准单行本。

本汇编可供从事环境监测和环境科学研究的科技人员、从事标准化工作的技术人员和管理人员等参考使用。

编者

2014年5月

目 录

一、土壤环境监测方法

GB/T 11219.1—1989	土壤中钪的测定	萃取色层法	3
GB/T 11219.2—1989	土壤中钪的测定	离子交换法	10
GB/T 11220.1—1989	土壤中铈的测定	CL-5209 萃淋树脂分离 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法	15
GB/T 11743—2013	土壤中放射性核素的 γ 能谱分析方法		19
GB/T 14550—2003	土壤中六六六和滴滴涕测定的气相色谱法		31
GB/T 14552—2003	水、土中有机磷农药测定的气相色谱法		41
GB/T 15440—1995	环境中有机污染物遗传毒性检测的样品前处理规范		53
GB/T 17134—1997	土壤质量 总砷的测定	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	63
GB/T 17135—1997	土壤质量 总砷的测定	硼氢化钾-硝酸银分光光度法	67
GB/T 17136—1997	土壤质量 总汞的测定	冷原子吸收分光光度法	72
GB/T 17138—1997	土壤质量 铜、锌的测定	火焰原子吸收分光光度法	77
GB/T 17139—1997	土壤质量 镍的测定	火焰原子吸收分光光度法	81
GB/T 17140—1997	土壤质量 铅、镉的测定	KI-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法	85
GB/T 17141—1997	土壤质量 铅、镉的测定	石墨炉原子吸收分光光度法	89
GB/T 17949.1—2000	接地系统的土壤电阻率、接地阻抗和地面电位测量导则	第 1 部分:常规测量	93
GB/T 22047—2008	土壤中塑料材料最终需氧生物分解能力的测定	采用测定密闭呼吸计中需氧量或测定释放的二氧化碳的方法	127
GB/T 22104—2008	土壤质量 氯化物的测定	离子选择电极法	145
GB/T 22105.1—2008	土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定	原子荧光法 第 1 部分:土壤中总汞的测定	151
GB/T 22105.2—2008	土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定	原子荧光法 第 2 部分:土壤中总砷的测定	157
GB/T 22105.3—2008	土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定	原子荧光法 第 3 部分:土壤中总铅的测定	163
GB/T 23739—2009	土壤质量 有效态铅和镉的测定	原子吸收法	169
GB/T 25282—2010	土壤和沉积物	13 个微量元素形态顺序提取程序	175
GB/T 27845—2011	化学品	土壤粒度分析试验方法	185
GB/T 27854—2011	化学品	土壤微生物 氮转化试验	200
GB/T 27855—2011	化学品	土壤微生物 碳转化试验	210
GB/T 27856—2011	化学品	土壤中好氧厌氧转化试验	220

注:本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或者 GB/T),年代号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

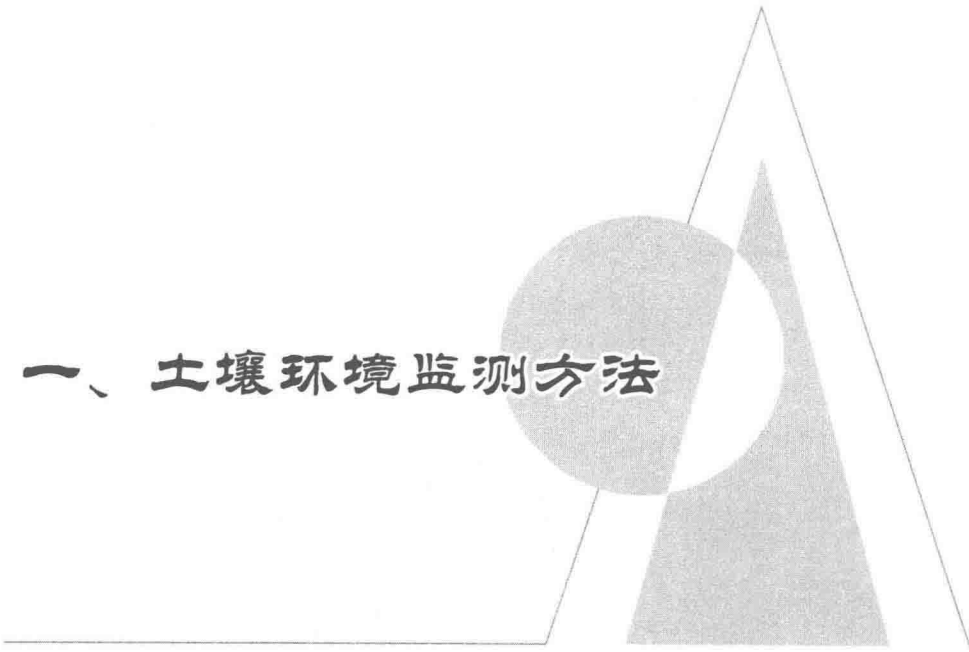
GB/T 27860—2011	化学品	高效液相色谱法估算土壤和污泥的吸附系数	239
HJ 77.4—2008	土壤和沉积物	二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	251
HJ/T 350—2007	展览会用地土壤	环境质量评价标准(暂行)(节选)	275
HJ 491—2009	土壤	总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法	351
HJ 605—2011	土壤和沉积物	挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法	357
HJ 613—2011	土壤	干物质和水分的测定 重量法	381
HJ 614—2011	土壤	毒鼠强的测定 气相色谱法	389
HJ 615—2011	土壤	有机碳的测定 重铬酸钾氧化-分光光度法	397
HJ 631—2011	土壤	可交换酸度的测定 氯化钡提取-滴定法	403
HJ 632—2011	土壤	总磷的测定 碱熔-钼锑抗分光光度法	409
HJ 634—2012	土壤	氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮的测定 氯化钾溶液提取-分光光度法	415
HJ 635—2012	土壤	水溶性和酸溶性硫酸盐的测定 重量法	431
HJ 642—2013	土壤和沉积物	挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法	445
HJ 649—2013	土壤	可交换酸度的测定 氯化钾提取-滴定法	465
HJ 650—2013	土壤、沉积物	二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-低分辨质谱法	471
HJ 658—2013	土壤	有机碳的测定 燃烧氧化-滴定法	493
HJ 679—2013	土壤和沉积物	丙烯醛、丙烯腈、乙腈的测定 顶空-气相色谱法	501
HJ 680—2013	土壤和沉积物	汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解/原子荧光法	511
HJ 695—2014	土壤	有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外法	513
WS/T 88—2012	煤及土壤中总氟	测定方法 高温热水解-离子选择电极法	527
YC/T 386—2011	土壤中有机氯农药	残留量的测定 气相色谱法	535
YC/T 469—2013	植烟土壤及灌溉水	二氯喹啉酸除草剂残留量的测定 高效液相色谱法	547

二、固体废物监测方法

GB 5086.1—1997	固体废物	浸出毒性浸出方法 翻转法	557
GB/T 15555.1—1995	固体废物	总汞的测定 冷原子吸收分光光度法	569
GB/T 15555.2—1995	固体废物	铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法	575
GB/T 15555.3—1995	固体废物	砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	581
GB/T 15555.4—1995	固体废物	六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法	585
GB/T 15555.5—1995	固体废物	总铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法	589
GB/T 15555.6—1995	固体废物	总铬的测定 直接吸入火焰原子吸收分光光度法	593
GB/T 15555.7—1995	固体废物	六价铬的测定 硫酸亚铁铵滴定法	597
GB/T 15555.8—1995	固体废物	总铬的测定 硫酸亚铁铵滴定法	600
GB/T 15555.9—1995	固体废物	镍的测定 直接吸入火焰原子吸收分光光度法	603
GB/T 15555.10—1995	固体废物	镍的测定 丁二酮肟分光光度法	607
GB/T 15555.11—1995	固体废物	氟化物的测定 离子选择性电极法	611
GB/T 15555.12—1995	固体废物	腐蚀性测定 玻璃电极法	618
GB/T 27945.2—2011	热处理盐浴有害固体废物	的管理 第2部分:浸出液检测方法	623
HJ 77.3—2008	固体废物	二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	635
HJ/T 299—2007	固体废物	浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法	659
HJ/T 300—2007	固体废物	浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法	665

HJ/T 365—2007	危险废物(含医疗废物)焚烧处置设施	二噁英排放监测技术规范	671
HJ 557—2010	固体废物	浸出毒性浸出方法 水平振荡法	687
HJ 643—2013	固体废物	挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法	693
HJ 687—2014	固体废物	六价铬的测定 碱消解/火焰原子吸收分光光度法	721

一、土壤环境监测方法

A decorative graphic on the right side of the page. It features a large, light gray triangle pointing upwards. Overlapping the left side of this triangle is a dark gray circle. The circle is partially cut off by the triangle's edge. A horizontal line extends from the left side of the circle towards the left edge of the page.

土壤中钚的测定 萃取色层法

GB 11219.1—89

Determination of plutonium in soil— Extraction chromatography method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了在常规和事故条件下,环境土壤中钚的测定方法——萃取色层法。
本标准适用于土壤中钚的活度在 $1.5 \times 10^{-5} \text{ Bq/g}$ 以上的测量范围。

2 原理

土壤试样用硝酸加热浸取或用硫酸-高氯酸-硝酸-氢氟酸加热溶解进行前处理。然后用三正辛胺-聚三氟氯乙烯色层粉萃取色层吸附钚,并用 10 mol/L 的盐酸和 3 mol/L 的硝酸分别洗涤色层柱,以去除钍、铀等干扰离子。最后用草酸-硝酸溶液解吸钚。在低酸度下进行电流沉积制源。用低本底 α 计数器或 α 谱仪测量。

3 试剂

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。
试剂本底不超过仪器本底计数率的三倍标准偏差。

3.1 三正辛胺(TOA): $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7]_3\text{N}$, 含量95.0%。

3.2 二甲苯: $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$, 含量不少于80.0%。

3.3 聚三氟氯乙烯色层粉: 40~60目。

3.4 氨磺酸: $\text{HO} \cdot \text{SO}_2 \cdot \text{NH}_2$, 含量不少于99.5%。

3.5 还原铁粉: 含量不少于97.0%。

3.6 亚硝酸钠: 含量不少于99.0%。

3.7 氢氧化铵(或氨水): 浓度25.0%~28.0% (m/m)。

3.8 无水乙醇: 含量不少于99.5% (m/m)。

3.9 盐酸: 浓度36.0%~38.0% (m/m)。

3.10 硝酸: 浓度65.0%~68.0% (m/m)。

3.11 草酸: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 含量不少于99.8%。

3.12 硫酸: 浓度95.0%~98.0% (m/m)。

3.13 高氯酸: 浓度70.0%~72.0% (m/m)。

3.14 氢氟酸: 浓度不少于40.0% (m/m)。

3.15 硝酸铝: $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 含量不少于99.0%。

3.16 精密试纸: pH0.5~5.0。

3.17 碘氢酸: 浓度不低于45.0% (m/m)。

3.18 TOA-二甲苯溶液: 将1份TOA与9份二甲苯混合。

3.19 0.4 mol/L 碘氢酸- 6.0 mol/L 盐酸溶液。

- 3.20 0.025 mol/L 草酸-0.150 mol/L 硝酸溶液。
- 3.21 氢氧化铵：(1 + 1)。
- 3.22 盐酸：10 mol/L。
- 3.23 硝酸：(1 + 1)。
- 3.24 硝酸：3.0 mol/L。
- 3.25 硝酸：0.1 mol/L。
- 3.26 亚硝酸钠溶液：4.0 mol/L。
- 3.27 氨基磺酸亚铁溶液：称取3.0 g还原铁粉(3.5)和12.0 g氨基磺酸(3.4)，用硝酸(3.25)溶解，过滤除去剩余物，滤液用水或硝酸(3.25)稀至50 mL，密闭于棕色瓶中低温保存，使用期可达1月。

4 仪器

- 4.1 低本底 α 计数器：最低可探测限为 2.0×10^{-4} Bq。
- 4.2 低本底 α 谱仪：最低可探测限为 2.0×10^{-4} Bq。
- 4.3 分析天平：感量0.1 mg。
- 4.4 离心机：最高转速4000 r/min，容量100 mL $\times$ 4。
- 4.5 玻璃色层柱：见附录B（参考件）图B 1。
- 4.6 电沉积装置：见附录B（参考件）图B 2。
- 4.7 聚四氟乙烯烧杯：容量100 mL。
- 4.8 TOA-聚三氟氯乙烯色层粉
- 4.8.1 色层粉的配制：每1.0 g聚三氟氯乙烯粉(3.3)加入2.0 mL TOA-二甲苯溶液(3.18)充分搅拌均匀后放置或在红外灯下烘烤呈松散状。用水悬浮法除去悬浮的粉，将未悬浮的色层粉贮存在棕色的玻璃瓶中备用。
- 4.8.2 色层粉的装柱：用湿法将调好的色层粉(4.8.1)装入色层柱中，柱的上下两端用少量聚四氟乙烯细丝填塞，床高60 mm，再用20 mL 硝酸(3.23)以3 mL/min的流速通过色层柱，备用。
- 4.8.3 色层柱的再生：依次用10 mL 0.025 mol/L 草酸-0.150 mol/L 硝酸溶液(3.20)，20 mL 水，20 mL 硝酸(3.23)以2 mL/min流速通过色层柱，备用。

5 操作步骤

5.1 采样和试样的制备

5.1.1 采样：选择具有代表性的地段，采集样品时，布点应因地制宜，可采用梅花形或直线形等方式均匀布点。每点采集10 cm $\times$ 10 cm $\times$ 5 cm或直径11 cm深5 cm的表层土壤，装入食品袋中，做好标记和记录。

5.1.2 试样的制备：将土壤平铺在搪瓷盘中或塑料布上晾干，去掉碎石和植物根基，捣碎并全部通过10目（孔径为2.0 mm）的分样筛，混合均匀，然后按对角线四分法缩取部分土壤（约0.5 kg）碾碎后全部通过120目的分样筛，在110 $^{\circ}$ C下烘干，保存在干燥的磨口瓶中或塑料瓶中供分析用。

5.2 试样的前处理

5.2.1 硝酸浸取法：从土壤试样中称取30.0 g的试样，准确到0.1 g，置于250 mL烧杯中，缓慢加入硝酸(3.23) 70 mL，搅拌均匀后放在电炉上加热煮沸10~15 min（防止崩溅和溢出），冷却至室温后将浸取液和沉淀转移至离心管中离心10~15 min（转速为3000 r/min），收集上层清液。再用40 mL 硝酸(3.23)将沉淀转移至原烧杯中再重复加热浸取一次，将两次上层清液合并。沉淀用30 mL 硝酸(3.24)、30 mL 水分别洗涤一次，离心，上层清液与前两次上层清液合并（称为A液）供分析用。

5.2.2 硫酸-高氯酸-硝酸-氢氟酸-盐酸溶解法：从土壤试样中称取5.00 g试样，准确到0.01 g，置于200 mL烧杯中，加入5 mL 硫酸(3.12)，5 mL 高氯酸(3.13)搅拌均匀后盖上表面皿在电炉砂浴上消化1 h，再趁热加入5 mL 高氯酸(3.13)继续加热消化1~1.5 h，去掉表面皿蒸干。然后将残渣

转入100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,依次用10 mL 高氯酸(3.13),10 mL 硝酸(3.10)分多次洗涤原烧杯。洗涤液转入聚四氟乙烯烧杯中,再加入20 mL 氢氟酸(3.14),加盖在约200℃砂浴上微沸3~4 h后去盖蒸发至干。残渣呈淡绿色或淡黄色。用50 mL 硝酸(3.24)将残渣转至100 mL 烧杯中加热溶解,离心(转速3000 r/min) 10~15 min,收集上层清液。用25 mL 硝酸(3.24)将沉淀转移至原烧杯中,重复以上操作,合并两次上层清液。用10 mL 盐酸(3.9)再将沉淀转移至原烧杯中,加热蒸发至干,用10~15 mL 硝酸(3.24)加热溶解残渣,并与前两次上层清液合并。同时加入5 g 硝酸铝(3.15)(称为B液)供分析用。

如果残渣用50 mL 和25 mL 硝酸(3.24)两次加热能完全溶解时,则可省去10 mL 盐酸(3.9)处理这一步骤。

5.3 A或B液每100 mL 加入0.5 mL 氨基磺酸亚铁(3.27)还原5~10 min,再加入0.5 mL 亚硝酸钠(3.20)氧化5~10 min,煮沸溶液使过量的亚硝酸钠完全分解,冷却至室温。

5.4 控制溶液(5.3)的硝酸浓度为6~8 mol/L,以2 mL/min的流速通过已装好的色层柱。用10 mL 硝酸(3.23)分多次洗涤原烧杯,洗涤液以相同的流速通过色层柱。

5.5 依次用20 mL 盐酸(3.22)和30 mL 硝酸(3.24),2 mL 水洗涤色层柱,流速与吸附流速相同。

5.6 在不低于10℃条件下,用8.0 mL 0.025 mol/L 草酸-0.150 mol/L 硝酸溶液(3.20)以1 mL/min 流速解吸,将解吸液收集在电沉积槽中,并用氨水(3.21)调节解吸液的pH值为1.5~2.0,将电沉积槽置于流动的冷水浴中,极间距离为4~5 mm,电流密度为500~800 mA/cm²下电沉积1 h。终止前加入1 mL 氨水(3.7)继续电沉积1 min,断开电源,弃去电沉积液,依次用水和无水乙醇(3.8)洗涤电镀片,而后在红外灯下烘干,在低本底α计数器或α谱仪上测量。

6 结果计算

土壤中钚的放射性活度按式(1)计算:

$$A = \frac{N \times 1000}{60 \times E \cdot Y \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: A ——土壤中钚的放射性活度, Bq/kg;

N ——试样源的净计数率, cpm;

E ——仪器对钚的探测效率, cpm/dpm;

Y ——钚的全程放化回收率;

m ——土壤试样质量, g;

1000 ——将g变成kg的转换系数;

60 ——将dpm变为Bq的转换系数。

结果以两位小数表示。

7 钚的全程放化回收率的测定

7.1 称取未被污染的土壤试样,加入已知钚浓度的指示剂,按本标准5.2~5.6条操作。

7.2 按式(2)计算钚的全程回收率Y:

$$Y = \frac{N_1}{N_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: N₁ ——试样源的净衰变数, dpm;

N₀ ——试样中加入钚的衰变数, dpm。

8 空白试验

每当更换试剂时必须进行空白试验,样品数不能少于4个,其试验步骤如下:

8.1 酸浸取法:量取120 mL 硝酸(3.23)置于200 mL 烧杯中,按本标准5.3~5.6条操作,采取和样品相同的条件测量空白样品的计数率。计算空白样品的平均计数率和标准误差。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。

8.2 酸溶解法:不加试样而按本标准5.2.2~5.6条操作,其测量、计算和检验均同本标准7.1条。

9 精密度

重复性和再现性应达到下表所列的要求:

钚的总活度 Bq	重复性, %		再现性, %	
	酸浸取法	酸溶解法	酸浸取法	酸溶解法
< 0.01	15	15	25	25
0.01 ~ < 10	10	10	20	20

10 特殊情况

10.1 当A和B两种溶液由于离心不好仍有少量沉淀时,可用快速滤纸过滤后再通过萃取色层柱。

10.2 当酸浸取液中出现不溶物质时,需经过离心,收集上层清液,沉淀用酸溶解法(见本标准5.2.2)处理后所得溶液与上层清液合并,再通过萃取色层柱。

10.3 萃取色层法对钚的去污系数偏低,当土壤试样中含有干扰核素镅时,可用 α 谱仪进行测量或用碘氢酸-盐酸溶液(3.19)解吸钚,其步骤如下:

将8.0 mL 0.025 mol/L 草酸-0.150 mol/L 硝酸溶液(3.20)改用8.0 mL 0.4 mol/L 碘氢酸-6.0 mol/L 盐酸溶液(3.19)以1 mL/min流速解吸,用小烧杯收集解吸液,在电砂浴上缓慢蒸干(防止崩溅)。

将蒸干的残渣用8.0 mL 0.025 mol/L 草酸-0.150 mol/L 硝酸溶液(3.20)分多次溶解,并转移到电沉积槽中,以后操作步骤和测量、计算均见本标准5.6条及第6章。

附录 A
正确使用本标准的说明
(参考件)

A1 按式 (A1) 决定试样的计数时间 (min):

$$T_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c \cdot N_b}}{N^2 \cdot E^2} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: T_c ——试样的计数时间, min;
 N_c ——试样加本底的计数率, cpm;
 N_b ——本底的计数率, cpm;
 N ——试样的净计数率, cpm;
 E ——预定的相对标准偏差。

A2 当土壤中含有难溶性的钚时, 必须采用硫酸-高氯酸-硝酸-氢氟酸溶解法对土壤试样进行前处理。

A3 本标准采用红色担体, 白色担体和化学合成的聚三氟氯乙烯粉作支撑体时, 其效果比采用辐照合成的聚三氟氯乙烯粉稍差。

A4 本标准采用三脂肪胺 (TAA) 作萃取剂时, 其效果与采用三正辛胺 (TOA) 一样。

附录 B
仪器设备图
(参考件)

B1 玻璃萃取色层柱, 见图B1。

B2 电沉积槽装配图, 见图B2。



图 B1 玻璃萃取色层柱

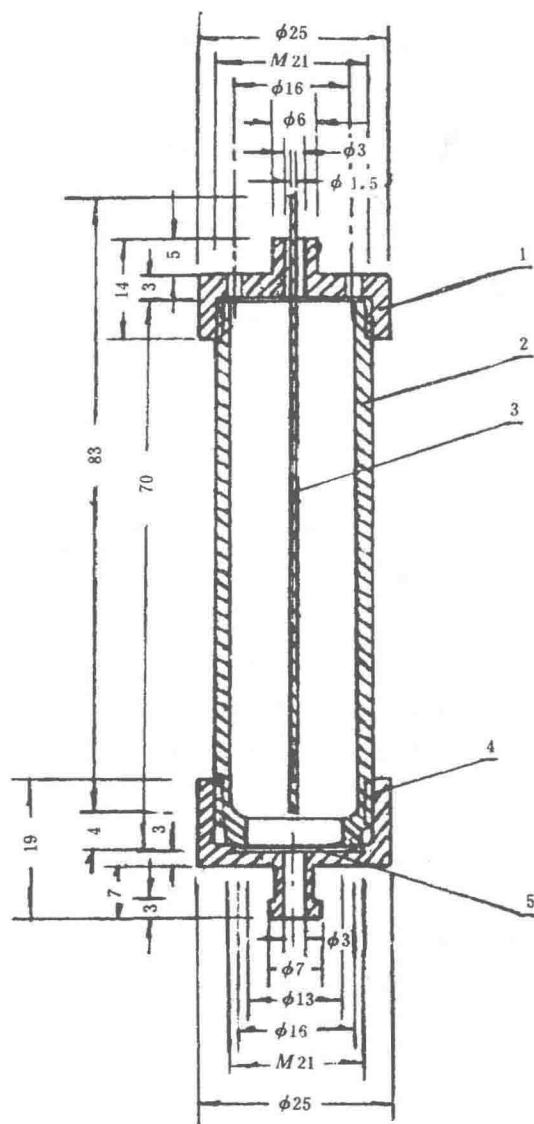


图 B 2 电沉积槽装配图

1—盖（有机玻璃或聚四氟乙烯）；2—液槽（有机玻璃或聚四氟乙烯）；3—阳极（铂金丝 $\phi 1.5\text{mm}$ ）；4—底座（不锈钢）；5—阴极（不锈钢片，厚 0.5mm ， $\phi 16\text{mm}$ ）

附加说明：

本标准由国家环境保护局和核工业部提出。

本标准由中国原子能科学研究院负责起草。

本标准主要起草人刘寿荪、颜启民。

本标准由国家环境保护局负责解释。

中华人民共和国国家标准

土壤中钚的测定
离子交换法

GB 11219.2—89

Determination of plutonium in soil—
Ion exchange method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了在常规和事故条件下,环境土壤中钚的测定方法——离子交换法。

本标准适用于土壤中钚的活度在 $1.5 \times 10^{-5} \text{ Bq/g}$ 以上的测量范围。

2 原理

土壤试样用硝酸加热浸取,然后用强碱性阴离子交换树脂分离纯化钚,并用 8.0 mol/L 的盐酸和 8.0 mol/L 的硝酸分别洗涤交换柱,以洗脱钍、铀等干扰离子。最后用盐酸-氢氟酸溶液解吸钚,在硝酸-硝酸铵溶液中电沉积制源。用低本底 α 计数器或低本底 α 谱仪测量。

3 试剂

除非另有说明外,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。试剂本底不超过仪器本底计数率的三倍标准偏差。

3.1 亚硝酸钠:含量不少于99.0%。

3.2 氢氧化铵(或氨水):浓度25.0%~28.0%(m/m)。

3.3 无水乙醇:含量不少于99.5%(m/m)。

3.4 盐酸:浓度36.0%~38.0%(m/m)。

3.5 硝酸:浓度65.0%~68.0%(m/m)。

3.6 氢氟酸:浓度不少于40.0%(m/m)。

3.7 精密试纸:pH0.5~5.0。

3.8 氨基磺酸: $\text{HO}\cdot\text{SO}_2\cdot\text{NH}_2$,含量不少于99.5%。

3.9 还原铁粉:含量不少于97.0%。

3.10 氢氧化胺:(1+1)。

3.11 盐酸: 8.0 mol/L 。

3.12 硝酸:(1+1)。

3.13 硝酸: 3.0 mol/L 。

3.14 硝酸: 0.1 mol/L 。

3.15 亚硝酸钠溶液: 4.0 mol/L 。

3.16 0.36 mol/L 盐酸- 0.01 mol/L 氢氟酸溶液。

3.17 氨基磺酸亚铁溶液:称取3.0g还原铁粉(3.9)和12.0g氨基磺酸(3.8)用硝酸溶液(3.14),过滤除去不溶物,滤液用水稀至50mL,密闭于棕色瓶中低温保存,备用。使用期可达30d。

3.18 阴离子交换树脂251×8。

3.19 0.150 mol/L 硝酸铵- 0.150 mol/L 硝酸溶液。

国家环境保护局1989-03-16批准

1990-01-01实施