ICS 17.240;13.060.99;
13.030.01
Z 33
备案号:2006—1998

EJ

中华人民共和国核行业标准

EJ/T 1075—1998
eqv ISO 9696:1992

水中总α放射性浓度的测定 厚源法

Determination of gross alpha activity in water thick source method

1998-08-25 发布　　1998-11-01 实施

中国核工业总公司　发布

目　录

前言 …… Ⅲ
ISO 前言 …… Ⅳ
1　范围 …… 1
2　引用标准 …… 1
3　原理 …… 1
4　试剂 …… 2
5　仪器 …… 2
6　采样 …… 2
7　方法 …… 3
8　放射性浓度的计算 …… 5
9　偏差与下限 …… 5
10　质量控制 …… 6
11　测定报告 …… 7
附录 A(提示的附录)　灵敏度、效率、下限值和干扰核素 …… 9
附录 B(提示的附录)　关于标准溶液的说明 …… 13
附录 C(提示的附录)　α测量仪及其调整与质量控制 …… 14
附录 D(提示的附录)　放射性浓度计算式的推导 …… 16
附录 E(提示的附录)　参考文献目录 …… 17

前　言

本标准等效采用国际标准 ISO 9696《水质　非盐碱水中总 α 放射性浓度的测定　厚源法》1992 第一版。按 GB/T1.1－1993 的 4.5.3，保留在条文中加注释的方式，使说明性文字紧邻有关条文。

本标准的建立，使我国环境监测领域中的这一监测方法与国际通用方法接轨。

为了适合国情做如下修改：因一般方法标准不包含法规性内容，取消了原国际标准条文之前的“警惕”和第 11 章《法规》；第 1 章不分条，取消了各条的标题；第 2 章中增添了几个引用标准；第 3 章作适当补充；第 8 章“结果的表达”改为“放射性浓度的计算”，其后的“报告举例”移到“测定报告”章之后；改写了第 9 章使概念更清晰；原国际标准 10.2.1、10.2.2、10.3 只有标题和注释，无正文，本标准将其移入附录 A，7.7 后半部分的内容与之相近，亦移入附录 A；第 10 章中注 23 改为标准的正文。

原标准的附录 A（标准的附录）实际上是《蒸发法测定水样残渣》的方法，且其内容与标准正文的要求不完全一样，故未采用，为此适当改写 7.1。

为了正确使用本标准，编写了附录 A（前半）和附录 C。附录 E“参考文献目录”是原 ISO 9696 附录 B 的加减。为了标准条文的简洁，将原有的注 2～6 改为附录 B，原注 19 改为附录 D，列于条文之后。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 都是提示的附录。

本标准由中国核工业总公司安防环保卫生局提出。

本标准起草单位：中国辐射防护研究院。

本标准主要起草人：郑仁圻、戴忠德、王治惠、郑鸿、韩光。

ISO 前言

ISO（国际标准化组织）是一个世界范围的各国家标准化机构（ISO 成员国）的联合组织。国际标准的起草工作通常由 ISO 技术委员会承担。成员国均有权参加它感兴趣的学科的技术委员会。与 ISO 在工作上有联系的，政府的或非政府的国际组织，也可参加这类工作。ISO 与国际电工委员会（IEC）在电技术标准化的所有事务上均密切合作。

技术委员会采纳的国际标准草案发送给各成员国供表决。至少获得 75％成员国的赞成票方能作为国际标准而公布出版。

国际标准 ISO 9696 是由 ISO/TC 147 水质技术委员会的 SC3 放射方法分委员会起草的。

附录 A 是本国际标准整体的一部分（标准的附录）。附录 B 是提示的附录。

中华人民共和国核行业标准

水中总α放射性浓度的测定 厚源法

EJ/T 1075－1998

eqv ISO 9696:1992

Determination of gross alpha activity in water thick source method

1 范围

本标准规定了在非盐碱水中总α活度的测定方法，该α放射性核素于350℃不挥发。会挥发的核素也可以测定，其可测限度取决于挥发物的半减期、基质保留量和测量时间。

本标准适用于天然水和饮用水，也能用于盐碱水或矿泉水，但灵敏度降低〔参见附录A的A1(提示的附录)〕。

应用范围取决于水中无机物质的总含量和探测器的性能(本底计数率和计数效率)(参见附录A的A4)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 11682－89 低本底α测量仪

GB/T 12997－91 水质 采样 方案设计技术规定(idt ISO 5667.1:1980)

GB/T 12998－91 水质 采样 技术指导(idt ISO 5667.2:1982)[1]

GB/T 12999－91 水质 采样 样品保存与管理技术规定(idt ISO 5667.3:1985)[2]

3 原理

将水样酸化使之稳定；蒸发浓缩；转化为硫酸盐态；再蒸发至干；然后在350℃下灼烧。将部分经准确称量过的残渣转移到样品盘，用α测量仪测定其α计数。以适量的硫酸钙为模拟载体，在其中加入适量的α辐射标准溶液，用以制备标准源，令它的质量厚度与样品源的相同，而且它们的放射性活度相近。用这样的标准源对测量仪器进行刻度，从而求出总放射

采用说明：

1〕ISO 9696引用时为1991版。

2〕ISO 9696引用时未注年代，脚注称修订版将出版。

中国核工业总公司1998-08-25批准 **1998-11-01实施**

性浓度。

4 试剂

所有试剂均应是符合国家标准或专业标准的分析纯试剂，且不应含有任何可检测出的α放射性。水为蒸馏水或同等纯度的水。

注1：为检验试剂原有的或污染上的放射性，10.1给出制备试剂空白样的方法。

4.1 标准溶液

应以使用^{241}Am标准溶液为宜，亦允许使用^{239}Pu或天然铀标准溶液。参见附录B(提示的附录)。

4.2 硝酸〔HNO_3，50%(V/V)〕

用水稀释100mL±5mL浓硝酸(ρ=1.42g·mL^{-1})至200mL±10mL。

4.3 浓硫酸(H_2SO_4，ρ=1.84g·mL^{-1})

4.4 挥发性有机溶剂〔无水乙醇(C_2H_5OH)、甲醇或丙酮〕

4.5 硫酸钙 $CaSO_4$

钙盐可能含有痕量^{226}Ra和/或^{210}Pb，应核实钙盐中未含有这些α放射性核素(见10.1)。

5 仪器

常用的化学实验室仪器以及下列仪器。

5.1 α测量仪

测定α放射性活度的测量仪应配置下列探测器之一：银激活的硫化锌闪烁探测器，硅面垒型半导体探测器(SSB)或(无窗)正比计数器。也可使用离子注入型硅半导体探测器和薄窗(≤100μg·cm^{-2})正比计数器。参见附录C(提示的附录)的C1。

α测量仪的性能要求应符合GB 11682的要求。

如果使用无窗系统，在测量各个样品源之间，可用测量空白样品的方法以检验测量系统可能受到的污染。

注2：若在真空中(例如用SSB)或流气系统(例如正比计数器)内测量时，由于被测的源具有颗粒性可能引起污染。

5.2 样品盘

样品盘应是有盘沿的不锈钢盘，厚度不小于2.5mg·mm^{-2}(250mg·cm^{-2})。

注3：样品盘的直径应与探测器灵敏面积的直径及仪器内放置待测源的托盘配合。

5.3 马福炉

能保持温度于350℃±10℃。

6 采样

水体样品的代表性、采样方法及保存方法应符合GB 12997、GB 12998和GB 12999。

按每升水样应加入20mL±1mL硝酸的比率，取所需量的硝酸(4.2)注入清洁聚乙烯桶中，然后将水样装入该聚乙烯桶。水样收集后应尽早分析，如需保存应保存于4℃±2℃。

如果用多个聚乙烯桶装同一水体的同一次水样，分析前应把它们很好地混合均匀。

如果是为了测定过滤后水样滤液的放射性，在收集样品时应当立即过滤而后酸化。

注 4：酸化可以减少放射性物质被器壁吸收的损失。若在过滤以前先酸化，则已吸附到悬浮物上的放射性物质将溶解到水中。

7 方法

注 5：本分析宜在不使用放射性示踪剂的场所进行。

7.1 准备[1]

本方法要求水样蒸干后残渣总量略大于 $0.1A$mg〔此处 A 为样品盘(5.2)的面积值，其单位为 mm^2〕。为此应当事先确定需要取用多少水样才能满足这个要求。其方法是先取一定量水样，按 7.2～7.4 操作，以测得水样的比残渣值(参见附录 A 的 A3)。

7.2 浓缩

将 V 升(±1%)水样(见第 6 章)转移到一个烧杯中。V 升水样应能保证灼烧后的残渣量至少有 $0.1A$mg。

注 6：对于非常软的水，如为产生 $0.1A$mg 残渣所需水样多到不现实时，则应取用实际可能的尽量多的水样。

将装有水样的烧杯放在电热板(或电炉、或红外炉)上缓慢加热使微沸，在保证没有溅出的条件下蒸发浓缩。为此烧杯中水样不得超过烧杯容量的一半，如水样量大，可以分次陆续加入。浓缩至 50mL，放置冷却。

将 200mL 石英或瓷蒸发皿在 350℃±10℃下保持 1h，取出在干燥器中冷却，恒重到±1mg。将上述浓缩液转移到此蒸发皿，再用极少量水仔细清洗烧杯，清洗液一并倒入蒸发皿。

注 7：如所用烧杯过大，可以将半浓缩液及清洗液转入较小的烧杯。这样便于进一步浓缩到小容积以便转入蒸发皿。

7.3 硫酸盐化

确证蒸发皿中溶液已经冷却，加入 1mL(±20%)硫酸(4.3)。

注 8：由于某些水样的残渣会吸水潮解或者难于粉碎而不适于放射性活度测量，许多这类水样可以用硫酸盐化的处理而得到解决。1mL 硫酸足够使 1.8g 碳酸钙硫酸盐化。只要水样容积适当，即其总残渣量不超过 1g，这些硫酸是足够的(根据经验有些水样可以省略这个步骤)。

仔细地将蒸发皿内溶液蒸发至干。

注 9：为避免溅出，应从蒸发皿上方加热(例如用红外灯)直至硫酸冒烟，再把蒸发皿移到电热板上，继续加热到烟气散尽为止。

7.4 灼烧

将蒸发皿及其内容物放入马福炉(5.3)内，在 350℃±10℃灼烧 1h。取出放入干燥器内冷却。记录从马福炉内取出的日期和时刻。

将残渣和蒸发皿一起称至恒重，减去蒸发皿的重量即为灼烧过的残渣重量 m，单位以

采用说明：

1〕本条按原意经过重新编写而不引用原附录 A(同时删去原附录 A)。

mg 表示。

7.5 样品源的制备

称取 0.1Amg(±1%)已研细的残渣粉末放入已称重的样品盘(5.2)内铺平。盘内残渣量 m_T，单位以 mg 表示。

如果 7.2 中所用 V 升水样产生的残渣少于 0.1Amg，则将尽可能多的残渣移到样品盘内。

注 10：因为源厚严重地影响 α 粒子的计数效率，故此刻度 α 测量仪用的标准源必须是装有与样品源相同量 m_T，mg 的载体物质。

为了把残渣均匀平坦地铺在样品盘上，用适量挥发性有机溶剂(4.4)把残渣粉末和成泥、铺均匀后再烘干。记下铺源的日期和时刻。再次称重样品源(盘和残渣)以确证残渣有无损失。

注 11：因为源厚严重地影响 α 粒子的计数效率，所以制作出均匀平整的测量用源是至关重要的。有的工作者在挥发性溶剂中搀入乙烯基醋酸盐(Vinyl acetate)以增强源的黏牢性。

7.6 测量

测量期间仪器应处于正常状态(见 10.4、附录 B 的 B2)。

样品源干燥后应尽早测量。测量时间的长短取决于样品的和本底的计数率以及所要求的精度(见第 9 章)。记录测得的计数率 R_x[1]（单位 s^{-1}）、测量时间 t_x（单位 s）以及测量日期。

7.7 本底的测定

用空样品盘(5.2)测定本底活度，即本底计数率 R_0，单位以 s^{-1}表示。重复测定可验证本底的稳定性。

7.8 标准源的制备

取 2.5g 硫酸钙(4.5)，放入 150mL 烧杯中。小心地加入 10mL(±1%)热硝酸(4.2)，搅拌并加入热水至 100mL 以溶解固态盐。

将此溶液转到已恒重准确到±1mg 的 200mL 石英或瓷蒸发皿中。

加入已知量(约 5～10Bq)的标准溶液(4.1)[2]。

在红外灯下把溶液蒸干，然后在 350℃±10℃的马福炉(5.3)内灼烧 1h。取出置于干燥器内冷却后称重。

用灼烧后的残渣量和所加入的^{241}Am(或者^{239}Pu、或天然铀)的活度计算出这种标准固态物的比活度 α_s，单位为 $Bq \cdot g^{-1}$。

将残渣碾碎成细粉末，必要时可用杵臼研磨。其操作与样品源的制备(7.5)一样。

注意：这个过程需要制备搀有 α 放射性核素的干粉。必须避免意外吸入放射性微粒，建议在制备放射源时使用简易密封柜式手套箱。或者用实验室通风橱代替，但抽力不能太大，

采用说明：

1] ISO 9696 用的是 R_b，易与习惯上表示作本底的脚标混淆，现改用 R_x；t_x 亦同理。

2] 原为先加标准^{241}Am 后转入蒸发皿，现改为先转入蒸发皿再加标准^{241}Am，以免在转移中损失^{241}Am。

以免产生空气扰动，或把细粉颗粒带到空气中去。

按制备样品源(7.5)的操作制成厚标准源(每个样品盘内铺 0.1Amg 标准固态物)。

在 α 测量仪中测量厚标准源，测得计数率 R_s，单位为 s^{-1}。

8 放射性浓度的计算

用下式计算水样的 α 放射性浓度：

$$c=\frac{R_x-R_0}{R_s-R_0}\times a_s\times\frac{m}{100}\times\frac{1.02}{V} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：c——水样的 α 放射性浓度，$Bq\cdot L^{-1}$；

R_x——样品源的总计数率，s^{-1}；

R_0——样品盘的本底计数率，s^{-1}；

R_s——标准源的总计数率，s^{-1}；

a_s——标准固态物的比活度，s^{-1}；

m——V 升水样灼烧后的残渣质量，mg；

V——水样体积，L。

式(1)的推导见附录 D(提示的附录)。

9 偏差与下限

9.1 标准偏差

计数统计涨落引起的水样放射性浓度的标准偏差 S_c，由下式计算：

$$S_c=\sqrt{\frac{R_x}{t_x}+\frac{R_0}{t_0}}\times\frac{a_s\times m\times 1.02}{(R_s-R_0)\times 1000\times V} \quad \cdots\cdots (2)$$

其中 t_x 和 t_0 分别是样品源和本底的测量时间(单位 s)，其它量同前。标准源的计数标准偏差比起样品源的标准偏差可以忽略，因此报出结果的标准偏差应注明“只计及计数误差”[1]。

9.2 判断下限

本方法的判断下限为：

$$L_c=k_\alpha\frac{a_s\times m\times 1.02}{(R_s-R_0)\times 1000\times V}\times\sqrt{\frac{R_0}{t_x}\left(1+\frac{t_x}{t_0}\right)} \quad \cdots\cdots (3)$$

k_α 是概率为 α 时的标准正态变量的分位数，α 是允许误判的小概率，通常取 $\alpha=1.645$，见附录 A 的 A5，其它量同前。从公式(7)可观察到它还取决于本底计数率、测量时间、仪器计数效率、水样残渣含量等因素。附录 A 的 A4 给出了若干情况下的判断下限值。

注 12：判断下限是仪器读出值的最小有意义值，小于它的读数大多由仪器本底引起。由其他要求置定的判断线应大于判断下限。

采用说明：

1] 这项注明应该主要是为了说明误差中未包括采样、制样的化学回收率和标准源的不确定度等因素。

9.3 探测下限

测定水样 α 放射性浓度的探测下限 L_D(单位 $Bq \cdot L^{-1}$)可用下式较好地近似计算。

$$L_D=k\times\frac{a_s\times m\times 1.02}{(R_s-R_0)\times 1000\times V}\times\sqrt{\frac{R_0}{t_x}(1+\frac{t_x}{t_0})} \quad \cdots\cdots (4)$$

式中系数 k 为 $k=k_\alpha+k_\beta$

当取 $\alpha=\beta=0.05$ 时，$k=3.3$。

基它量同前。

注 13：探测下限又称最小可测放射性活度，是指样品的活度为探测下限的数值时，用指定的仪器和指定的方法，其读数小于判断下限的概率为 β，即漏测的概率为 β。探测下限的定义为：

$$L_D=L_c+k_\beta\sigma_\beta$$
$$=k_\alpha\sigma_0+k_\beta\sigma_\beta$$

式中 k_β 是概率为 β 时，标准正态变量的分位数。

探测下限依赖于许多因素，包括水样中残渣含量、源尺寸、测量时间、本底和计数效率，附录 A 的 A4 也给出探测下限的一些典型值。

10 质量控制[1]

10.1 污染和空白样

检验试剂污染的方法是在另外的样品盘中蒸发本标准步骤(6，7 章)中所用的试剂。应保证其放射性活度与样品中的放射性相比可以忽略。检验整个体系污染的方法是：取 1000mL±10mL 蒸馏水用 20mL 硝酸(4.2)酸化，再加入 0.1Amg±1mg 色谱试剂级的硅胶。按 7.2～7.5 操作，测其放射性活度。与 0.1Amg 硅胶直接铺盘测得的活度比较，应保证其差值与空白样品盘的活度相比可以忽略。

如果试剂放射性活度不能忽略，应另选活度低的试剂，或者，在第 7 章操作步骤中增加试剂空白样的测定，即用本条前一段所述检验整个体系污染的步骤。并在计算(第 8 章)中用其结果代替 7.7 步骤所测定的本底值。

10.2 质量控制图[2]

测量仪器的质量控制，可制作其本底和(标准)检验源的质量控制图。见附录 E(提示的附录)〔1〕、〔2〕。

10.3 人员考核

制备六个或六个以上的测量源能够考核操作者的技术水平，每份 1L 蒸馏水，各加入已知量的 α 放射性核素和溶解的钙化合物。钙化合物的量应足够多，以保证在灼烧后至少有 0.1Amg 残渣足以制备一个测量用源。按 7.2～7.6 操作。测得平均值 $\bar{x}$ 应满足下式：

采用说明：

1] 本章有较大的调整。关于质量控制的详细资料可参考 GB 11216－89 核设施流出物和环境放射性监测质量保证计划的一般要求。

2] ISO 标准正文有“更多的资料见 ISO/CD 8465：—，控制图指南。”并附注“(即将出版)”。

$$\bar{x}-A\leqslant t\cdot s/n \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：A——已知量的α核素的真值乘计数效率；

n—— 制备考核源的个数；

t——t 检验量，如 $n=6$，$\alpha=0.05$ 则 $t=2.57$；

s——n 个测量值的标准偏差。

11 测定报告

测定报告应包含下列内容：

a）说明是执行本标准；

b）能够说明水样的完整资料，包括采样的起始和结束时刻；

c）使用的标准放射性核素；

d）总α放射性浓度，$Bq\cdot L^{-1}$，其有效数字应与判断下限(9.2)吻合[1]。如测得结果低于判断下限[2]，则注明“低于判断下限”。

e）采样、灰化、铺样和测量的日期；

f）源的厚度值，以 $mg\cdot mm^{-2}$ 为单位。

g）测定过程中观察到的任何值得注意的特征迹象；

h）本标准中未作规定的其他任何操作细节；

i）在过程中采用了的任何可选做的步骤，例如水样的过滤。

采用说明：

1] 原文是“给出三位有效数字”，而在“报告举例”中的$(0.42\pm0.04)Bq\cdot L^{-1}$也只有两位有效数字。

2] 原文是“探测限”(detection limit)，它的意义是很小概率被漏检的源活度的真值，而这里指的是测得的读数，故应当是判断根。见附录E[3][4]。

报告举例

水中总α放射性浓度的测定报告

本测定按照EJ××××——××××标准进行
水样采自：××自来水厂总出水口，共3L
采样日期：199×年×月×日　　上午××时
灰化日期：199×年×月×日　　下午××时～××时
铺样日期：199×年×月×日
测量日期：199×年×月×日　　上午××时～下午××时
该水样的总α放射性浓度为：

$(0.42\pm0.04)Bq\cdot L^{-1}$

（误差是按2σ[1]给出，它只包含计数统计涨落误差）
标准源的放射性核素：^{241}Am
源厚：$0.1mg\cdot mm^{-2}(10mg\cdot cm^{-2})$
其他需要说明的事项：

采样者：（或送样单位）
制样者：（签名）
测量者：（签名）
审核：（签名）

采用说明：
1] 原文称为2σ置信水平(Confidence level)。2σ应当是置信水平在95%时置信区间的宽度。

附 录 A
（提示的附录）
灵敏度、效率、下限值和干扰核素

A1 灵敏度

灵敏度的定义是被测实物每增减一个单位时其测量读数的变化，即仪器指示值/待测真值，一般情况是计数率/放射性活度。本标准应为计数率/放射性浓度，其单位是 $s^{-1}/(Bq \cdot L^{-1})$。

从这个定义看，灵敏度是对水样的计数效率。但因 α 射程短，不能对水样直接测量，需蒸干制成平面源才能测量，所以灵敏度是水中非挥发溶质的质量（残渣量）、放射性核素种类和仪器对厚源的计数效率的函数，即公式(2)中 $\varepsilon_s \cdot V_P$ 项。

A2 计数效率

计数效率是指仪器的计数率与放射源的活度之比值，单位是 $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$。如式 D3 所示。但活度是指样品盘内的 0.1*A*mg 固态物内全部的放射性活度。实际上，不是全部 0.1mg·mm^{-2}厚度内的 α 粒子都能射出源表面和到达探测器，有效部分只是表面一层。这层的厚薄又随 α 粒子的能量大小而不同。源厚 0.1mg·mm^{-2}(10mg·cm^{-2})的安排，使得即使 α 粒子能量很大，最下层的 α 粒子也射不出源表面（所以称为厚源法）。当 α 粒子能量为 3.9MeV～8MeV 时，能射出源表面的 α 粒子只是介质内辐射总 α 的十几分之一到五分之一。还因 α 粒子须穿过空气和探测器的窗厚，并需要用一定的能量去触动探测器，计数效率与几何效率的比值比这个分数还要小。对某种核素的计数效率的测定方法如下：把已知量的该种核素标准溶液搀进二氧化硅、硫酸钙或其他空白物质，在仔细地干燥和均匀后，制成 0.1mg·mm^{-2}(10mg·cm^{-2})厚的源，测定其计数率，计算出计数效率。验证实验实测值和综合估计值见表 A1。

表 A1

核素	α 粒子能量 MeV	计数效率 ε_s $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$			
		正比计数器	半导体探测器	ZnS 闪烁屏	综合估计值
^{241}Am	5.4～5.5	0.060	0.069	0.074	0.07
^{239}Pu	5.1～5.15	0.053	0.048	0.063	0.06
天然铀	4.2～4.75	0.034	0.032	0.053	0.04
^{252}Cf	6.12				0.09

A3 残渣量

不同水样经蒸发后，余下的残渣量的数值变化很大，一般天然水、自来水的残渣量大约

在 200mg·L^{-1}～1000mg·L^{-1}。兹列举一些数据于表 A2。残渣量与 V_P 的关系见式 D4，表 A2 也列出了当 0.1A=200mg 时的相当水样容积 V_P 值。

表 A2

残渣量 mg/L	标准偏差(每批样之内) mg/L	自由度	V_P L	α 放射性浓度 Bq/L
569	5.32	9	0.351	—
343	5.54	9	0.583	—
202	2.89	9	0.990	—
657	24.09	5	0.304	0.04
481	6.28	3	0.416	0.03
546	6.58	3	0.366	0.05
366	5.58	3	0.456	0.03
471	1.96	2	0.425	0.04
307	4.51	3	0.651	0.03
327	3.59	2	0.612	0.04

注：前三组数据取自 ISO9696 表 A.1，原 Note 为 Data provided by Mid－kentwater company. 其他数据由中国辐射防护研究院提供。

A4 下限典型值

设水样的残渣含量 0.5g·L^{-1}，计数效率 0.07，取 $\alpha=\beta=0.02$，$k_\alpha=k_\beta=2$，$k=4$ 时，设两种探测器灵敏面积，各二、三种本底计数率、五种测量时间的判断下限 L_c 列于表 A3。探测下限 L_D 值是判断下限值的两倍。

表 A3　　mBq·L^{-1}

测量时间 h(s)	探测器灵敏区直径				
	Φ50mm			Φ100mm	
	本底计数率 $h^{-1}(s^{-1})$				
	5.76 (0.0016)	3 (0.00083)	24 (0.0067)	23 (0.0064)	96 (0.0267)
1(3600)	69	50	140	35	70
3(10800)	40	29	81	20	41
5(18000)	31	22	63	16	32
16.67(60000)	17	12	35	8.5	18
24(86400)	14	10	29	7	15

譬如作为几种典型的情况：

a）ZnS 闪烁体，直径 Φ50，本底计数率 0.0067s^{-1}，测量 24h，则 L_c＝29mBq·L^{-1}，探测下限为 58mBq·L^{-1}。

b）ZnS 闪烁体，直径 Φ100，本底计数率 0.0267s^{-1}，测量 24h，则 L_c＝15mBq·L^{-1}，L_D＝30mBq·L^{-1}。

c）半导体探测器，直径 Φ50，本底计数率 0.00083s^{-1}，测量 24h，则 L_c＝10mBq·L^{-1}，L_D＝20mBq·L^{-1}。

d）正比计数器，直径Φ50，本底计数率0.0016s^{-1}，测量5h，则L_c＝31mBq·L^{-1}，L_D＝62mBq·L^{-1}。

e）正比计数器，直径Φ100，本底计数率0.0064s^{-1}，测量5h，则L_c＝16mBq·L^{-1}，L_D＝31mBq·L^{-1}。

f）ISO 9696 中 9.2 给定的条件即本底计数率 0.0016s^{-1}，测量 60000s，则 L_c＝17mBq·L^{-1}，L_D＝34mBq·L^{-1}。

A5 k 值表

式(3)、式(4)中 k_α、k_β 和 α、β 均是统计检验中通用的参量符号、检验是单侧的，k_α(或 k_β)是标准正态变量的 α(或 β)分位数。其值见表 A4。

表 A4

容许失误的概率 α,β	置信水平 1－α,1－β	k_α 或 k_β
0.01	0.99	2.327
0.02	0.98	2.054
0.05	0.95	1.645
0.1	0.9	1.282

A6 干扰核素

A6.1 氡同位素的损失

按本标准的方法做时，某些核素在蒸发中将损失。就铀系核素讲，操作过程中^{222}Rn 将损失，但只要样品源中有^{226}Ra 存在，将会陆续产生^{222}Rn 及其子体。^{232}Th 系核素有类似情况。

A6.2 镭衰变引起 α 活度的增长

如样品源中有^{226}Ra，衰变产生^{222}Rn 等。一个月后再按 7.6 和 7.7 测量，能观察到 α 活度的增长。正常环境水平，很少有这种现象。当天然水中含^{226}Ra 高时，用它制成的样品源经过一个月后，计数率可能增长四倍。由测得数据去估算残渣中铀系或(和)钍系核素的存在份额是很复杂的。

A6.3　钋的损失

天然存在的铀、钍衰变系中辐射α的钋同位素可能是某些水体总α活度的重要组成部分。元素钋和它的某些化合物易挥发，特别是其卤素化合物在较低的温度就会升华。但其硝酸盐和硫酸盐至少在温度高到400℃～500℃仍是稳定的。因而，经过硝酸的酸化并经受硫酸盐化的样品不会有钋的损失。见附录E[5]、[6]。

附 录 B
（提示的附录）
关于标准溶液的说明[1]

B1 以使用^{241}Am标准溶液为宜，其原因及有关事项见下。

B2 ^{241}Am优于^{239}Pu，因为在制备^{239}Pu标准溶液时，常会有^{241}Pu存在，^{241}Pu的衰变导致^{241}Am增长而影响测量，因此^{239}Pu的标准溶液须持续频繁地纯化。指定同位素组份的铀化合物很难获得，且α测量仪对其响应与^{239}Pu不同（见附录A的A1，A2）。

B3 在大多数国家可获得合格的参考物质。例如：在奥地利维也纳的国际原子能机构（IAEA）是国际性的供应者，美国国家标准技术局（NIST）也能向多数国家提供。

B4 应按照可能知道的待检水样所含有的放射性污染物种类去选择α标准源，一般说是在天然的和人工生成的α辐射物之间作选择。

B5 若能确切证明为天然铀或已知同位素组份的铀化合物，则可以从已确定的物理常数和同位素丰度数据计算出比活度，而不是依赖专门机构的标定工作。但这是一个有争议的好处。

B6 因为铀同位素发射的α粒子的能量低于人工超铀核素的α粒子的能量，若对超铀元素的污染使用铀作标准源，则测量结果偏高。某些权威人士认为当水污染的真实成分不知道的情况下，宁愿犯报出数值偏大的错误。

采用说明：

1］本附录是ISO 9696的NOTE2～6。附录D是NOTE19，都是为了使标准条文简洁。

附 录 C
（提示的附录）
α测量仪及其调整与质量控制

C1 α测量仪

C1.1 探测器可以是正比计数器、闪烁探测器或平面型半导体探测器。其灵敏面积应足够大，直径一般应在40mm以上。正比计数器可以是无窗的，也可以是薄窗的。若使用无窗正比计数器，待测样品盘的支持物必须是导电的。

C1.2 电子电路包括与探测器配合的脉冲甄别、放大、成形、计数、显示、打印及电源电路，有时还包括微处理器类的集成电路芯片。

C2 测量仪的调整

C2.1 按使用说明书启动仪器。调节仪器甄别阈旋钮使接近最大，用标准源（或校验源）测定坪曲线。源中的α核素应是长寿命的，放射性核素在源盘上应固着牢固，分布均匀，活度适中。

C2.2 将校验源对准探测器放置，慢慢增高探测器偏置高压至第一个计数出现，记录此“阈电压”。适当增加高压（每步约25V）测计数率，再一步步增加高压。开始时电压增高，计数率随着增加，然后计数率保持几乎不变，最后又增加较快（此后不要再增高电压了）。

C2.3 总计数率对高压的曲线，称“坪曲线”。计数率几乎不随高压变动的一段称为“坪”。坪长至少应大于100V，坪的斜率应小于（2%）/100V。若高压电源的稳定性能好，则坪长较短或坪斜较大的测量仪也可以使用。

C2.4 把高压置于坪中央，以空样品盘替代校验源，测定本底计数率。计算净计数率平方与本底计数率的比值。称比值为仿优系数。

C2.5 降低仪器甄别阈值，取四个或四个以上的位置，在每个位置，测坪曲线及坪中央处的本底计数率，并计算仿优系数。

C2.6 绘仿优系数对各坪中央高压值的曲线，求出最高点，此时的高压值和甄别阈值为仪器运行的最佳工作点。

C2.7 半导体探测器的调整较简便，变化参量少。一般仪器制造厂已调定，不需改动。

C3 质量控制（参见附录E[3]）

C3.1 使用质量控制图能保证仪器日常工作的一致性。对选定的甄别阈值（其控制旋钮有时设置在仪器内部，不须常调）和工作电压（偏置高压）以及其他可调参数均固定不变后，才能绘制和使用质量控制图。当仪器做了新的调整或经维修后，必须重新绘制质量控制图。

C3.2 计数效率质量控制图。仪器运行正常后，每日或定期以固定的测量时间测定检验源的计数率。测量时间一般取10～30min。以测得总计数应大于100～400。测量检验源前后用空白样品盘测定本底10～30min，有利于判别仪器是否受污染。

当有 20 个以上这样的数据，则可绘制质量控制图。以计数率为纵坐标，日期（或测量序号）为横坐标，在平均值 $\bar{n}$ 的上下各标出控制线（$\bar{n}\pm 3\sigma$）和警告线（$\bar{n}\pm 2\sigma$）。

$$\sigma=(\bar{n}/t)^{1/2} \quad \cdots\cdots (B1)$$

式中：σ——计数率标准差的估计值，s^{-1}；

$\bar{n}$——平均计数率，s^{-1}；

t——测量时间，s。

应定期（间隔适当时间）测定检验源计数率，或者在测每批样品时测定该检验源的计数率。将测定结果标到质量控制图上。若新标的点在警告线之内表示仪器性能正常；若超过控制线或两次结果连续同侧超出警告线，表示仪器可能不正常，应及时寻找出故障原因；若测量结果长期偏于平均值一侧须绘制新的质量控制图。

C3.3 对于正比计数器型测量仪，为得到满意的性能，室温变化必须控制在±3℃之内。

C3.4 仪器本底计数率的质量控制图。与绘制计数效率质量控制图（10.2）的方法相同。但一般低本底 α 测量仪的本底计数率很小，测定一次须用几小时到 24h，除初期为建立质控图外，在日常工作时期可以每周或每旬测一次本底。

C4 样品盘

样品盘的表面可以抛光，也可以是毛面（喷沙或化学腐蚀）以能把样品源铺得均匀平整为目的。

附 录 D

（提示的附录）

放射性浓度计算式的推导

一般讲，样品的放射性浓度 c（单位 Bq·L^{-1}）计算如下：

$$c=R_n\times\frac{1}{\varepsilon_s}\times\frac{1}{V_P} \quad \cdots\cdots (D1)$$

式中：c——α 放射性浓度，Bq·L^{-1}；

R_n——样品的净计数率，s^{-1}，对本底计数率已修正过；

ε_s——对指定放射性核素的厚标准源的计数效率，s^{-1}Bq^{-1}；

V_P——与样品盘内残渣量，即 0.1Amg，相当的水样容积，L。

而

$$R_n=R_x-R_o \quad \cdots\cdots (D2)$$

式中：R_x——样品源的总计数率，s^{-1}（见 7.6）；

R_o——样品盘本底计数率，s^{-1}（见 7.7）。

和

$$\varepsilon_s=\frac{R_s-R_o}{0.1A\times a_s}\times 1000 \quad \cdots\cdots (D3)$$

式中：R_s——标准源的总计数率，s^{-1}（见 7.8）；

A——样品盘面积，mm^2；

0.1A——样品盘上标准固态物的质量，mg（见 7.8）；

a_s——标准固态物的比活度，Bq·g^{-1}（见 7.8）。

和

$$V_P=\frac{V}{m}\times 0.1A \quad \cdots\cdots (D4)$$

式中：V——水样体积，L（见 7.2）；

m——V 升水样灼烧后残渣的质量，mg（见 7.4）；

于是公式(2)成为

$$c=(R_x-R_o)\times\frac{0.1A\times a_s}{(R_s-R_o)\times 1000}\times\frac{m}{V\times 0.1A}$$

$$=\frac{R_x-R_o}{R_s-R_o}\times\frac{a_s}{1000}\times\frac{m}{V} \quad \cdots\cdots (D5)$$

因为每升水样加入稳定剂 20mL 硝酸(4.2)，所以必须对体积进行修正。1020mL 的酸化水样相当于 1000mL 的原来水样。

故浓度 c（单位 Bq·L^{-1}）的最终公式为（对相应配合的刻度源）：

$$c=\frac{R_x-R_o}{R_s-R_o}\times\frac{a_s}{1000}\times\frac{m}{V}\times 1.02$$

附 录 E
（提示的附录）
参考文献目录

[1] MURDOCH J. 控制图(Control Charts). Macmillan Press,1979. 26411～26418. ISBN 0333

[2] MARSHALL R A G. 监测放射性本底计数率的累积和图线(Cumulative sumcharts for monitoring of radio－activity background count rates). Anal Chem, 1979(14):2193～2196

[3] 蒋子刚,顾雪梅. 分析测试中的数理统计与质量保证. 华东化工学院出版社. 1991:346～369,216～226

[4] 郑仁圻,余君岳,杨健明. 判断极限和探测极限的概念及其应用. 核标准计量与质量, 1996(1):21～24

[5] BAGNALL K W. 稀有放射性元素的化学(Chemistry of the rare radio elements). Butterworth scientific Publ,1957. 39,64 et seq,77 et seq

[6] EAKINS J D,MORRISON R T. 测定湖、海底泥中铅-210 的新方法(A New Procedure for the Determination of Lead-210 in Lake and Marine Sediments). Int J of Appl Rad and Isot, 1978 (29):531～536