

EJ

中华人民共和国核行业标准

EJ/T 900—94

水中总 β 放射性测定 蒸发法

1994-10-24 发布

1995-01-01 实施

中国核工业总公司 发布

水中总 β 放射性测定
蒸发法

EJ/T 900—94

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定水中总 β 放射性浓度的蒸发浓缩法。

本标准适用于饮用水、地面水、地下水和核工业排放废水中放射性核素(不包括在本标准规定条件下属挥发性核素)的总 β 放射性的测定。也可用于咸水或矿化水中 β 放射性的测定。测定范围: $5 \times 10^{-2} \sim 10^2 \text{Bq/L}$ 的水样。

2 引用标准

- GB/T 11216 核设施流出物的环境放射性监测质量保证的一般规定。
- GB/T 12997 水质采样 方案设计技术规定
- GB/T 12998 水质采样 技术指导
- GB/T 12999 水质采样 样品保存与管理技术规定

3 方法提要

用蒸发法使水中放射性核素浓集到固体残渣中,灼烧后制成样品源,用优级纯氯化钾作为参考源,在低本底 β 测量仪上测量 β 放射性。

4 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试剂和蒸馏水或同等纯度的水。所用试剂的放射性本底计数与仪器的本底计数比较不应当有显著性的差别。

4.1 氯化钾, KCl, 优级纯。

4.2 无水乙醇, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 。

4.3 硝酸溶液, 5%(V/V)。

4.4 检查源, 可以是任何一种半衰期足够长的 β 放射性核素的电镀源。源的活性区面积不大于探测器的灵敏区, 表面发射率为 1~10 粒子/秒。

5 仪器、设备

5.1 低本底 β 测量仪。

5.2 马福炉。

5.3 电热板。

- 5.4 不锈钢刀。
- 5.5 不锈钢测量盘。
- 5.6 红外线干燥灯。
- 5.7 干燥器。
- 5.8 塑料桶。
- 5.9 锥形瓶, 1000mL。
- 5.10 坩埚, 100mL。
- 5.11 天平, 感量 0.1mg。
- 5.12 不锈钢压样器。

6 水样的采集和贮存

关于采集样品的代表性、取样方法及水样的保存, 按 GB 12997、GB 12998 和 GB 12999 规定执行。

水样采集后盛于用 4mol/L 的盐酸浸泡过的塑料桶(5.8)内, 用硝酸(4.3)酸化到 pH=1~2。放置 10h 以上, 取上清液为水样。

如果要求分别测量原水样中及悬浮物中的总 β 放射性, 应当在酸化之前将水样通过 0.45 μ m 的滤膜过滤。

7 测定步骤

7.1 水样的蒸发

7.1.1 取 0.5~3L 水样, 按每升水样中加入 10mL 硝酸溶液(4.3)分次倒入锥形瓶中, 置于电热板上缓慢加热, 在微沸条件下蒸发浓缩至约 30mL。

7.1.2 将浓缩液全部转入已称重的坩埚中, 先后用硝酸溶液(4.3)和水各 20mL 洗涤锥形瓶。洗涤液合并到坩埚中, 继续蒸发至干。

7.2 样品源的制备和测量

7.2.1 将坩埚移入马福炉中, 在 350℃ 温度下灼烧 1h。

7.2.2 取出坩埚移入干燥器中冷却至室温。称重, 求出残渣总重量。

7.2.3 残渣用不锈钢刀刮, 研细, 混匀。借助压样器或无水乙醇将固体粉末均匀地铺在测量盘内。在红外灯下烘干。

7.2.4 在低本底 β 测量仪上测量样品源 β 计数。

7.3 β 探测效率的测定

7.3.1 取一定量的氯化钾(4.1)放入玛瑙钵内研细, 转入称量瓶中, 置于电热恒温干燥箱内, 在 120℃ 温度下烘 30min, 在干燥器中冷却至室温。

7.3.2 称取不同量的氯化钾粉末(7.3.1)放入不锈钢测量盘内, 制成一系列厚度不等的钾-40 参考源, 分别用低本底 β 测量仪在与被测样品源相同的条件下测量 β 计数。算出不同质量厚度的钾-40 参考源的 β 计数效率。

7.3.3 在半对数坐标纸上绘制探测效率曲线。

7.3.4 根据测量盘中样品源的质量厚度,在探测效率曲线上查出相应的探测效率。

7.4 β 测量仪稳定性检验

仪器工作正常后每天或定期测量检验源(4.4)和仪器本底的计数率。在获得 20 个以上数据后,分别绘制检查源计数率和本底计数率的质量控制图。在例行测量中以此检验 β 测量仪的运行是否处于质控状态。

7.5 回收率的测定

7.5.1 取同体积的 12 份水样,其中 6 份加入 200mg 氯化钾(4.1)按 7.1.1~7.2.4 步骤操作。

7.5.2 按下式计算回收率:

$$R = \sum_{i=1}^6 \frac{N_i}{dm_o E_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中: R ——回收率;

N_i ——掺入氯化钾的第 i 个水样与原水样计数率之差, s^{-1} ;

d ——氯化钾中钾-40 的比活度, $14.6 Bq/g$;

m_o ——掺入氯化钾的量, g ;

E_i ——从第 i 个水样获得的样品源的探测效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$ 。

8 结果和报告

8.1 按下式计算水中总 β 放射性浓度:

$$A_v = \frac{(N_c - N_b)\omega}{E \cdot R \cdot m \cdot V} \dots\dots\dots(2)$$

式中: A_v ——水中总 β 放射性浓度, Bq/L ;

N_c ——样品的 β 计数率(包括仪器本底), s^{-1} ;

N_b ——仪器的本底计数率;

ω ——水样中残渣总重量, g ;

E ——仪器的 β 计数效率, $s^{-1} \cdot Bq^{-1}$;

R ——回收率;

m ——测量的残渣重量, g ;

V ——水样的体积, L 。

8.2 按下列形式报告测量结果:

$(\times \times . \times \times \pm 0.0 \times) Bq \cdot L^{-1}$ (用氯化钾为参考源), 结果的误差只包括计数的统计涨落, 按 2σ 给出。

8.3 报告还应包括下列内容:

平行样品数;

采样日期;

测量日期;

样品源厚度(mg/cm^2)。

如果在操作过程中使用过在本标准中没有规定的其他附加步骤,应当作出说明。

9 精密度

1984 至 1989 年,有 13 个实验室测量了总 β 放射性水平为 $0.9\sim 2.1\text{Bq/L}$ 的水样,室内变异系数小于 10%,相对误差小于 30%。实验室间变异系数为 18.3%。

10 质量控制

按 GB/T 11216 的规定执行。

附录 A
正确使用标准的说明
(参考件)

- A1 测定水样的体积应当视水样蒸干后的残渣量和 β 放射性水平而定。
- A2 样品源的厚度应在 $10\sim 50\text{mg}/\text{cm}^2$ 之间。在不超过探测器灵敏区面积的条件下应尽量使用大面积的测量盘。
- A3 如果已知水中 β 放射性核素的成分,也可以用水中主要 β 放射性核素取代钾-40 作为参考源去测定总 β 探测效率。
-

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:沙连茂、王治惠。