

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 899-2017

水质 总β放射性的测定 厚源法

Water quality—Determination of gross beta activity

—Thick source method

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2017-12-21 发布

2018-02-01 实施

目 次

前	言	ii
1	适用范围	1
2	规范性引用文件	1
3	术语和定义	1
4	方法原理	2
5	试剂和材料	2
6	仪器和设备	2
7	样品	3
8	分析步骤	4
9	结果计算与表示	5
10	精密度和准确度	6
11	质量保证和质量控制	6
12	废物处理	8
13	注意事项	8
附表	录 A(资料性附录)正确使用本标准的说明	9
附表	录 B(规范性附录)总 $α$ 、总 $β$ 放射性同时测量时总 $β$ 放射性活度浓度的校正	14

前言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国放射性污染防治法》,保护环境,保障人体健康,规范水中总β放射性的测定方法,制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、工业废水和生活污水中总β放射性的厚源法。

本标准附录 A 为资料性附录, 附录 B 规范性附录。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位: 江苏省核与辐射安全监督管理局。

本标准验证单位:浙江省辐射环境监测站、上海市辐射环境监督站、安徽省辐射环境监 督站、江苏省疾病预防控制中心、田湾核电站保健物理处和江苏省辐射环境监测管理站。

本标准环境保护部 2017年 12月 21日批准。

本标准自2018年2月1日起实施,

本标准由环境保护部解释。

水质 总β放射性的测定 厚源法

警告:实验中使用的硝酸、硫酸、丙酮及微量放射性物质具有腐蚀性、毒性和放射性,试剂配制过程应在通风橱内进行,操作时应按要求佩戴防护器具,避免吸入呼吸道和接触皮肤、衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中总β放射性的厚源法。

本标准适用于地表水、地下水、工业废水和生活污水中总β放射性的测定。

方法探测下限取决于样品含有的残渣总质量、测量仪器的探测效率、本底计数率、测量时间等,典型条件下,探测下限可达1.5×10⁻² Bg/L。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件,其有效版本适用于本标准。

GB 12379 环境核辐射监测规定

GB/T 11682 低本底α和/或β测量仪

HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定

HJ 494 水质 采样技术指导

HJ 495 水质 采样方案设计技术规定

HJ/T 61 辐射环境监测技术规范

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3. 1

总β放射性 gross beta activity

指在本标准规定的制样条件下,样品中 β 最大能量大于 0.3~MeV 的不挥发的 β 辐射体总称。

3. 2

有效饱和厚度 the effective thickness of saturated layer

指某一放射性射线发射率随着放射性物质厚度的增加而增加,当放射性物质厚度达到一定程度时,射线发射率将不再随放射性物质厚度的增加而增加,则该厚度为该放射性射线的有效饱和厚度。

3. 3

厚源法 thick source method

根据不同直径的测量盘,当铺盘厚度达到放射性射线的有效饱和厚度时,对应的取样量为铺盘量的"最小取样量",此铺样方法即为厚源法。

4 方法原理

缓慢将待测样品蒸发浓缩,转化成硫酸盐后蒸发至干,然后置于马弗炉内灼烧得到固体 残渣。准确称取不少于"最小取样量"的残渣于测量盘内均匀铺平,置于低本底α、β测量仪 上测量总β的计数率,以计算样品中总β的放射性活度浓度。

5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂,实验用水为新制备的去离子 水或蒸馏水,所有试剂的总B放射性应低于方法探测下限。

- 5.1 硝酸(HNO₃): ρ =1.42 g/ml。
- 5.2 硝酸溶液: 1+1。 量取 100 ml 硝酸 (5.1),稀释至 200 ml。
- 5.3 硫酸(H_2SO_4): ρ =1.84 g/ml。
- 5.4 有机溶剂:

无水乙醇(C₂H₅OH): 纯度≥95%;

或丙酮(C₃H₆O): 纯度≥95%。

5.5 硫酸钙 (CaSO₄): 优级纯。 使用前应在 105 ℃干燥恒重后,置于干燥器中保存。

5.6 标准物质:

以优级纯氯化钾为总β标准物质,使用前应在 105 ℃干燥恒重后,置于干燥器中保存。

6 仪器和设备

- 6.1 低本底α、β测量仪: 仪器的主要性能指标应满足 GB/T 11682 中相关要求。
- 6.2 分析天平: 感量 0.1 mg。
- 6.3 可调温电热板:也可选用电炉或其他加热设备。
- 6.4 烘箱。
- 6.5 红外箱或红外灯。
- 6.6 马弗炉: 能在 350 ℃下保持恒温。
- 6.7 测量盘:带有边沿的不锈钢圆盘,圆盘的质量厚度至少为 2.5 mg/mm²,测量盘的直径取决于仪器探测器的直径及样品源托的大小。
- 6.8 蒸发皿:石英或瓷制材料,200 ml。使用前将蒸发皿洗净、晾干或在烘箱(6.4)内于105 ℃下烘干后,置于马弗炉(6.6)内350 ℃下灼烧1h,取出在干燥器内冷却后称重,连

续两次称量(时间间隔大于 3h,通常不少于 6h)之差小于 $\pm 1 mg$,即为恒重,记录恒重重量。

- 6.9 研钵和研磨棒。
- 6.10 聚乙烯桶: 10L。
- 6.11 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集和保存

样品的代表性、采样方法和保存方法按 GB 12379、HJ 493、HJ 494、HJ 495、HJ/T 61和 HJ/T 91的相关规定执行。

采样前将采样设备清洗干净,并用原水冲洗 3 遍采样聚乙烯桶。样品采集后,按每升样品加入 20 ml 硝酸溶液 (5.2) 酸化样品,以减少放射性物质被器壁吸收所造成的损失。样品采集后,应尽快分析测定,样品保存期一般不得超过 2 个月。采样量建议不少于 6 L。

如果要测量澄清的样品,可通过过滤或静置使悬浮物下沉后,取上清液。

7.2 样品的制备

7.2.1 浓缩

根据残渣含量估算实验分析所需量取样品的体积(参见附录 A 中 A.3)。为防止操作过程中的损失,确保试样蒸干、灼烧后的残渣总质量略大于 $0.1A\,mg(A\, 为测量盘的面积,mm^{-2})$,灼烧后的残渣总质量按 $0.13A\,mg$ 估算取样量。

量取估算体积的待测样品于烧杯中,置于可调温电热板(6.3)上缓慢加热,电热板温度控制在80℃左右,使样品在微沸条件下蒸发浓缩。为防止样品在微沸过程中溅出,烧杯中样品体积不得超过烧杯容量的一半,若样品体积较大,可以分次陆续加入。全部样品浓缩至50 ml 左右,放置冷却。将浓缩后的样品全部转移到蒸发皿(6.8)中,用少量80℃以上的热去离子水洗涤烧杯,防止盐类结晶附着在杯壁,然后将洗液一并倒入蒸发皿中。

对于硬度很小(如以碳酸钙计的硬度小于 30 mg/L)的样品,应尽可能地量取实际可能 采集到的最大样品体积来蒸发浓缩,如果确实无法获得实际需要的样品量,也可在样品中加 入略大于 0.13A mg 的硫酸钙(5.5),然后经蒸发、浓缩、硫酸盐化、灼烧等过程后制成待 测样品源。

7.2.2 硫酸盐化

沿器壁向蒸发皿中缓慢加入 1 ml 的硫酸(5.3),为防止溅出,把蒸发皿放在红外箱或红外灯(6.5)或水浴锅上加热,直至硫酸冒烟,再把蒸发皿放到可调温电热板(6.3)上(温度低于 350 °C),继续加热至烟雾散尽。

7.2.3 灼烧

将装有残渣的蒸发皿放入马弗炉(6.6)内,在350℃下灼烧1h后取出,放入干燥器内

冷却,冷却后准确称量,根据和蒸发皿(6.8)的差重求得灼烧后残渣的总质量。

7.2.4 样品源的制备

将残渣全部转移到研钵中,研磨成细粉末状,准确称取不少于 0.1A mg 的残渣粉末到测量盘中央,用滴管吸取有机溶剂 (5.4),滴到残渣粉末上,使浸润在有机溶剂中的残渣粉末均匀平铺在测量盘内,然后将测量盘晾干或置于烘箱中烘干。

7.2.5 空白试样的制备

准确称取与样品源相同质量的硫酸钙(5.5),按样品源的制备(7.2.4)相同步骤制成空白试样。

7.2.6 实验室全过程空白试样的制备

量取 1 L 去离子水至 2 L 玻璃烧杯中,加入 20 ml 硝酸溶液(5.2),搅拌均匀后,加入 0.13 A mg 的硫酸钙(5.5),按 $7.2.1\sim7.2.4$ 操作,然后称取与样品源相同质量的残渣,制成实验室全过程空白试样。

7.2.7 标准源的制备

先将标准物质(5.6)在研钵内研细,准确称取与样品源相同质量的标准物质(5.6)于测量盘中,按样品源的制备(7.2.4)相同步骤制成标准源,晾干,记下铺源的日期和时间。

8 分析步骤

8.1 仪器本底的测定

取未使用过、无污染的测量盘(6.7),洗涤后用酒精浸泡 $1\,h$ 以上,取出、烘干,置于低本底 α 、 β 测量仪(6.1)上连续测量仪器的总 β 本底计数率 $8\,h$ ~24 h,确定仪器本底的稳定性,取平均值,以计数率 R_0 (s^{-1})表示。

8.2 有效饱和厚度(最小铺盘量)的确定

实际测量: 分别称取 80 mg、100 mg、120 mg、140 mg、160 mg、180 mg、200 mg、220 mg、240 mg 的标准物质(5.6)于测量盘内,按样品源的制备(7.2.4)相同步骤,制成不同厚度的系列标准源,均匀平铺在测量盘底部,晾干后,置于低本底 α 、β测量仪(6.1)上测量每个标准源的总 β 计数率。以总 β 净计数率为纵坐标,铺盘量为横坐标,绘制 β 自吸收曲线。当铺盘量达到一定的值时,总 β 净计数率不再随铺盘量的增加而增加,延长自吸收曲线的斜线段与水平段,交叉点对应的铺盘量即为标准源的有效饱和厚度,也就是方法的最小铺盘量。

理论估算:如果有效饱和厚度测量有困难,可直接按 0.1A mg 计算。

8.3 空白试样的测定

将空白试样 (7.2.5) 在低本底α、β测量仪 (6.1) 上测量总β计数率。总β计数率应保持 在仪器总β本底平均计数率的 3 倍标准偏差范围内,否则应更换硫酸钙 (5.5) 或采用空白试 样的总β计数率代替仪器本底计数率。

8.4 实验室全过程空白试样的测定

将实验室全过程空白试样(7.2.6)在低本底α、β测量仪(6.1)上测量总β计数率。总β 计数率应保持在仪器总β本底平均计数率的 3 倍标准偏差范围内,否则应选用放射性水平更 低的化学试剂,或采用实验室全过程空白试样的总β计数率代替仪器本底计数率。

8.5 标准源的测定

将标准源 (7.2.7) 在置于低本底α、β测量仪 (6.1) 上测量总β计数率,以计数率 R_s (s^{-1}) 表示,并记录计数时刻,时间间隔和日期。

8.6 样品源的测定

样品源(7.2.4)晾干后应立即在低本底α、β测量仪(6.1)上测量总β计数率 R_x (s^{-1}),并记录计数时刻,时间间隔和日期。

测量时间的长短取决于样品和本底的计数率及所要求的精度。计算方法参见附录 A 中 A.1。

仪器对同一样品源计数率的测量结果存在波动, 需测量 5 次以上, 取算术平均值。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

样品中总β放射性活度浓度 C_{β} (Bq/L),按照公式(1)进行计算,公式推导参见附录 A 中 A.7。若测量仪器可同时测量β和α计数,且α射线对β道的串道比不能忽略时,应进行串道比的修正,修正公式参见附录 B。

$$C_{\beta} = \frac{(R_{x} - R_{0})}{(R_{s} - R_{0})} \times \beta_{s} \times \frac{m}{1000} \times \frac{1.02}{V}$$
 (1)

式中: C_β——样品中总β放射性活度浓度, Bq/L;

 R_x ——样品源的总β计数率, s^{-1} ;

 R_0 ——本底的总β计数率, s^{-1} ;

β。——标准源的总β放射性活度浓度, Bq/g, 天然钾中钾-40 的β放射性活度浓度是 27.4 Bq/g, 它在氯化钾中的放射性活度浓度是 14.4 Bq/g;

m——样品蒸干、灼烧后的残渣总质量, mg;

1.02——校正系数,即 1020 ml 酸化样品相当于 1000 ml 原始样品;

 R_s ——标准源的总β计数率, s^{-1} ;

V——取样体积, L。

9.2 结果表示

当测定结果小于 0.1 Bq/L 时,保留小数点后三位,测定结果大于等于 0.1 Bq/L 时,保

留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六家实验室对含总β放射性活度浓度为 0.32 Bq/L 和 7.98 Bq/L 的统一样品进行了 6 次重复测定,实验室内相对标准偏差分别为 $2.3\%\sim20\%$ 和 $3.1\%\sim7.7\%$; 实验室间相对标准偏差分别为 8.6%和 7.5%; 重复性限 r 分别为 0.096 Bq/L 和 1.39 Bq/L; 再现性限 R 分别为 0.12 Bq/L 和 2.10 Bq/L。

10.2 准确度

六家实验室对含总β放射性活度浓度为 0.32 Bq/L 和 7.98 Bq/L 的统一样品加入氯化钾标准溶液,测量方法的回收率,加标回收率范围分别为 $91.4\%\sim111\%$ 和 $92.2\%\sim108\%$;加标回收率最终值分别为 $(97.4\pm16.6)\%$ 和 $(97.8\pm12.4)\%$ 。

11 质量保证和质量控制

11.1 仪器稳定性

11.1.1 仪器本底泊松分布检验

每年至少进行一次仪器本底计数泊松分布检验,如果本底很低,可用一定活度的标准源代替。

选择一个工作日或一个工作单元(如完成一个或一组样品测量所需的时间)为检验的时间区间,在该时间区间内,测量 $10\sim20$ 次相同时间间隔的仪器本底计数,按照公式(2)计算统计量 χ^2 的值,在 χ^2 分布的上侧分位数表中与选定显著水平的分位数进行比较,检验仪器本底计数是否满足泊松分布。

$$\chi^2 = \frac{(n-1) \times S^2}{N} \tag{2}$$

式中: χ^2 ——统计量值;

n——所测本底的次数:

S—__n 次本底计数的标准偏差:

N——n 次本底计数的平均值, 也是按泊松分布计算的本底计数的方差。

11.1.2 仪器本底、效率质量控制

使用质量控制图检验仪器的稳定性,以保证日常工作的一致性。

在仪器工作电压以及其他可调参数均固定不变的情况下,定期以固定的测量时间测量仪器的本底计数率和参考源的探测效率,绘制仪器本底和效率质控图。参考源推荐使用氯化钾标准源(7.2.7)或 90 Sr- 90 Y、 137 Cs 电镀源,电镀源活性区直径与仪器探测器直径有关,一般不小于 ϕ 25 mm,表面粒子发射率不少于($10^2\sim10^3$)粒子数/(min· 2π)。

本底测量频次: 1 次/半月,测量时间取 60 min~240 min,每次测量 3 次以上,取算术平均值;效率测量频次: 1 次/两月,测量时间取 5 min~10 min,每次测量 3 次以上,取算术平均值。

当积累 20 个以上数据后,以本底计数率或仪器效率为纵坐标,日期(或测量次序)为横坐标,绘制质量控制图,在平均值 \bar{n} 的上下各标出控制线($\bar{n}\pm 3\sigma$)和警告信线($\bar{n}\pm 2\sigma$)。若定期测量的仪器本底计数率或效率在警告线内,则表示仪器性能正常;若仪器本底计数率或效率超过控制线或两次连续同侧超过警告线,则表示仪器可能不正常,应及时寻找故障原因;若测量结果长期(连续 7 次)偏于平均值一侧,说明仪器性能发生系统偏差,须绘制新的质量控制图。

11.2 平行双样的测定

每批次(≤20)样品,随机抽取 10%~20%的样品进行平行双样测定,样品数量少于 10 个时,应至少测定 1 对平行双样。

平行双样测定结果的相对偏差<30%,也可按照公式(3)进行判断。

$$\left| y_1 - y_2 \right| \le \sqrt{2}U(y) \tag{3}$$

式中: y1——样品测量结果, Bq/L

y2——平行样测量结果, Bq/L;

U(y)——样品测量不确定度(置信水平 95%), Bq/L。

11.3 加标回收率的测定

每批次(\leq 20)样品,随机抽取 5%~10%的样品,加入一定量的氯化钾粉末(加入的氯化钾总活度不得超过样品总活度的 3 倍)做加标回收率测定,样品数量少于 10 个时,应至少测定 1 个加标回收率。

加标回收率应控制在70%~130%之间,也可按照公式(4)进行判断。

$$E_n = \frac{\left|x - X\right|}{\sqrt{U^2_{lab} + U^2_{ref}}} \le 1\tag{4}$$

式中: E_n——加标回收测量结果比率值;

x——加标回收量, Bq;

X——加标量, Bq;

U_{lab}——实验室测量不确定度(置信水平 95%), Bq;

U_{ref}——所加标准物质的不确定度(置信水平 95%), Bq。

11.4 实验室全过程空白试样测定

每更新一批试剂均需进行实验室全过程空白试样测定。若测量的实验室全过程空白试样 的总β计数率在仪器总β本底平均计数率 3 倍标准偏差范围内,则可以忽略,否则,则应选用 更低放射性的试剂或选用空白试样的总β计数率值代替本底值。

12 废物处理

实验中产生的低水平放射性废液或固体废物应集中收集,统一保管,做好相应的标识, 委托有资质的单位进行处理。

13 注意事项

- 13.1 应选择与待测样品中放射性核素种类以及灼烧后残渣的化学组分中主要β射线能量相同或相近的核素作为标准源,以提高方法的准确度,如:氯化钾、¹³⁷Cs、⁹⁰Sr 等。
- 13.2 应采用相同材质的玻璃器皿。
- 13.3 废水盐度较高时,测量灵敏度会降低。
- 13.4 固体中总β放射性的测量可参照本标准样品源的制备和测量部分。

附录 A

(资料性附录)

正确使用本标准的说明

A. 1 测量时间

测量时间可按照公式(A.1)估算:

$$t_{x} = \frac{R_{x} + \sqrt{R_{x} \cdot R_{0}}}{(R_{x} - R_{0})^{2} E^{2}}$$
 (A.1)

式中: t_x——样品测量所需要的时间, s;

 R_x ——样品源的总 β 计数率, s^1 ;

 R_0 ——本底的总β计数率, s^{-1} ;

E——预定的相对标准偏差。

A. 2 灵敏度

灵敏度取决于水中残渣量、无机盐量、探测器的探测效率和放射性核素种类,不同探测器的探测效率在表 A.1 中给出。

探测效率 (s-1·Bq-1) 放射性核素 β粒子能量 (MeV) 正比计数器 闪烁体计数器 ^{40}K 1.32 0.44 0.24 90Sr-90Y 0.546 0.40 0.36 ¹³⁷Cs 0.51163 0.29 0.20

表 A. 1 不同探测器的探测效率

A.3 偏差和下限

A. 3. 1 计数标准偏差

由仪器计数统计误差引起的样品活度的标准偏差 sc, 按照公式(A.2)进行计算。

$$s_{c} = \sqrt{\frac{R_{x}}{t_{x}} + \frac{R_{0}}{t_{0}}} \times \frac{\beta_{s} \times m \times 1.02}{(R_{s} - R_{0}) \times 1000 \times V}$$
 (A.2)

式中: sc——由计数统计误差引起的样品活度浓度的标准偏差, Bq/L;

 R_x —样品源的总β计数率, s^{-1} ;

 R_0 ——本底的总β计数率, s^{-1} ;

β_s——标准源的总β放射性活度浓度,Bq/g;

m——样品蒸干、灼烧后的残渣总质量, mg;

1.02——校正系数,即 1020 ml 酸化样品相当于 1000 ml 的原始样品;

tx——样品的测量时间, s;

t₀——本底的测量时间, s;

 R_s ——标准源的总β计数率, s^{-1} ;

V——取样体积,L。

A. 3. 2 探测下限

探测下限 L_d (Bq/L) 可近似表示为公式 (A.3):

$$L_{d} = (K_{a} + K_{\beta}) \frac{\beta_{s} \times m \times 1.02}{(R_{s} - R_{0}) \times 1000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_{0}}{t_{x}} \left(1 + \frac{t_{x}}{t_{0}}\right)}$$
(A.3)

式中: L_d——样品中总β测量探测下限, Bq/L;

 K_{α} ——与预选的错误判断放射性存在的风险几率(α)相应的标准正态变量的上限百分数值;

Κ_в——与探测放射性存在的预选置信度(1-β)相应的值;

β_s——标准源的总β放射性活度浓度, Bq/g;

m——样品蒸干、灼烧后的残渣总质量, mg;

1.02——校正系数,即 1020 ml 酸化样品等价于 1000 ml 原始样品;

 R_0 —本底的总β计数率, s^{-1} ;

t_x——样品的测量时间, s;

 R_s ——标准源的总β计数率, s^{-1} ;

V——样品取样体积, L;

 t_0 —本底的测量时间,s。

如果风险几率(α)和预选置信度(1- β)在同一个水平上,则 $K_{\alpha}=K_{\beta}$ 。

若样品的计数率与本底接近,则探测下限 L_d (Bq/L) 可近似表示为公式 (A.4)

$$L_{d} = 2\sqrt{2}K_{\alpha} \times \frac{\beta_{s} \times m \times 1.02}{(R_{s} - R_{o}) \times 1000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_{o}}{t_{0}}}$$
(A.4)

常用的 K_α或 K_β值见表 A.2。

表 A. 2 常用 K。或 K。值表

α或β	1-β	Κ α或 Κ β	$2\sqrt{2}K_{\alpha}$
0.01	0.99	2.327	6.59
0.02	0.98	2.054	5.81

续表

α或β	1-β	K_{α} 或 K_{β}	$2\sqrt{2}K_{\alpha}$
0.05	0.95	1.645	4.65
0.10	0.90	1.282	3.63
0.20	0.80	0.842	2.38
0.50	0.50	0	0

A. 4 残渣量

表 A.3 列出了自来水、地表水、地下水、伴生放射性矿物冶炼企业处理前废水、处理后废水的残渣量范围。

表 A. 3 不同水体中残渣量范围

序号	样品类别	残渣量范围(g/L)	均值和标准偏差(g/L)	样品数
1	自来水	0.12~0.44	0.24 ± 0.09	23
2	地表水	0.10~1.35	0.43 ± 0.25	288
3	地下水	0.16~1.01	0.42 ± 0.21	15
4	处理前废水	0.20~216.1	28.5±59.9	40
5	5 处理后废水 0.093~28.7		2.0±3.8	72

A.5 探测下限典型值

表 A.4 列出了不同探测器的探测下限典型值。

表 A. 4 探测下限典型值

测量时间	探测器灵	探测器类型	本底计数率	探测效率	残渣量	探测下限
(s)	敏区直径(mm)		(s ⁻¹)	$(s^{-1} \cdot Bq^{-1})$	(g/L)	(Bq/L)
		正比计数器	0.0080	0.43	0.50	0.015
43200	φ45		0.0040	0.44	0.50	0.010
43200	φ+3		0.0045	0.43	0.50	0.011
			0.0062	0.42	0.50	0.013

测量时间	探测器灵	探测器类型	本底计数率	探测效率	残渣量	探测下限
(s)	敏区直径(mm)		(s ⁻¹)	$(s^{-1} \cdot Bq^{-1})$	(g/L)	(Bq/L)
		φ45 正比计数器	0.0048	0.43	0.50	0.011
43200	n 15		0.0040	0.43	0.50	0.010
43200	φ43		0.0090	0.44	0.50	0.015
			0.0070	0.44	0.50	0.013

A.6 计数不确定度

由测量仪器统计计数引起的不确定度μ见公式(A.5):

$$u = \frac{\sqrt{\frac{R_x}{t_x} + \frac{R_0}{t_0}}}{R_x - R_0}$$
 (A.5)

式中: μ——由测量仪器统计计数引起的不确定度;

 R_x ——样品源的总β计数率, s^{-1} ;

R₀——本底的总β计数率, s⁻¹;

t_x——样品的测量时间, s;

t₀——本底的测量时间, s。

扩展不确定度 U 由式 (A.6) 计算:

$$U = k\sqrt{\mu^2_A + \mu^2_\beta} \tag{A.6}$$

式中: U——扩展不确定度;

k——包含因子,一般为2,相应的置信度约为95%;

μA——A类不确定度, 主要由μ贡献;

μ_B——B类不确定度,主要由标准源的不确定度贡献。

A. 7 总 β 放射性活度浓度计算公式推导

一般来说,样品中总β放射性活度浓度计算公式如下:

$$C_{\beta} = \frac{(R_x - R_0)}{\varepsilon} \times \frac{m}{0.1A} \times \frac{1.02}{V}$$
(A.7)

式中: C_β——样品中总β放射性活度浓度, Bq/L;

 R_x ——样品源的总β计数率, s^{-1} ;

 R_0 —本底的总β计数率, s^{-1} ;

m——样品蒸干、灼烧后的残渣总质量, mg;

1.02——校正系数,即 1020 ml 酸化样品等价于 1000 ml 原始样品;

 ϵ ——测量仪器对标准源的探测效率, $s^{-1}\cdot Bq^{-1}$;

0.1A——样品的铺盘质量, mg;

V——样品取样体积,L。

由于:

$$\varepsilon = \frac{R_{\rm s} - R_0}{0.1 A \cdot \beta_{\rm s}} \times 1000 \tag{A.8}$$

式中: ϵ ——测量仪器对标准源的探测效率, s^{-1} ·Bq⁻¹;

 R_s ——标准源的总 β 计数率, s^{-1} ;

 R_0 —本底的总β计数率, s^{-1} ;

0.1A——标准源的铺盘质量, mg;

β_s——标准源的总β放射性活度浓度,Bq/g。

将公式 (A.8) 代入公式 (A.7),则样品中总β放射性活度浓度计算公式最终为:

$$C_{\beta} = \frac{(R_x - R_0)}{(R_s - R_0)} \times \beta_s \times \frac{m}{1000} \times \frac{1.02}{V}$$
 (A.9)

附录 B

(规范性附录)

总α、总β放射性同时测量时总β放射性活度浓度的校正

若测量仪器可同时测量 α 和β计数,且 α 射线对β道的串道比不能忽略,则应在计算总β放射性活度(C_{β} ,Bq/L)的公式中进行串道比的修正,见公式(B.1)。

$$C_{\beta} = \frac{R_x - R_0 - \eta_{\alpha\beta} \cdot R_{\alpha}}{R_s - R_0} \times \beta_s \times \frac{m}{1000} \times \frac{1.02}{V}$$
 (B.1)

式中: C_β——样品中总β放射性活度浓度, Bq/L;

 R_x ——样品源的总β计数率, s^{-1} ;

 R_0 —本底的总β计数率, s^{-1} ;

η_{αβ}——仪器测量纯α标准物质时, α射线对β道的串道比;

 R_{α} —样品源的 α 计数率, s^{-1} ;

β_s——标准源的总β放射性活度浓度,Bq/g;

m——样品蒸干、灼烧后的残渣总质量, mg;

1.02——校正系数,即 1020 ml 酸化样品等价于 1000 ml 原始样品;

 R_s ——标准源的总β计数率, s^{-1} ;

V——样品取样体积, L。

仪器在正常工作状态下,测量纯α标准源,测量次数不少于 10 次,每次测量的累计计数不少于 1000,α射线对β道的串道比 η _{αβ} 按公式(B.2)计算:

$$\eta_{\alpha\beta} = \frac{R_{\alpha\beta}}{R_{\alpha\alpha} + R_{\alpha\beta}} \times 100\%$$
 (B.2)

式中: $\eta_{\alpha\beta}$ ——仪器测量纯 α 标准源时, α 射线对 β 道的串道比;

 $R_{\alpha\beta}$ ——仪器测量纯α标准源时,总β的计数率, s^{-1} ;

 $R_{\alpha\alpha}$ — 仪器测量纯α标准源时,总α的计数率, s^{-1} 。