

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

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 $1 \sim 10$ 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 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 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。