

ICS 73.020
D 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 13073—2010
代替 GB/T 13073—1991

GB/T 13073—2010

岩石样品 ^{226}Ra 的测定 射气法

Rock samples—Determination of radium-226—Emanation technique

中华人民共和国
国家标准
岩石样品 ^{226}Ra 的测定 射气法
GB/T 13073—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.75 字数 12 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

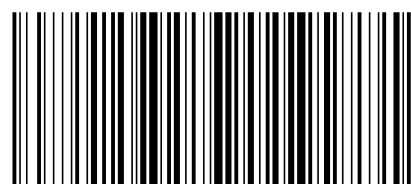
*

书号: 155066·1-41069 定价 16.00 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)68533533



GB/T 13073-2010

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 2 硫酸钡-乙二胺四乙酸二钠法精密度

样品(水平)	ZBu4	标样 04115	标样 04110	CH-1
平均值 m	53.34	13.70	3.30	0.042
重复性标准差 S_r	1.24	0.34	0.07	0.002
重复性临界差 r	3.49	0.94	0.20	0.006
再现性标准差 S_R	1.25	0.36	0.08	0.003
再现性临界差 R	3.49	1.00	0.23	0.008

表 3 碳酸钡-盐酸法精密度

样品(水平)	ZBu4	标样 04115	标样 04110
平均值 m	52.80	13.71	3.31
重复性标准差 S_r	0.95	0.27	0.09
重复性临界差 r	2.65	0.76	0.24
再现性标准差 S_R	1.38	0.28	0.09
再现性临界差 R	3.86	0.79	0.23

10 废弃物的处理

严格依据 GB 9133 和 GB 14500 对实验过程的样品和残液、渣进行处理。

前 言

本标准代替 GB/T 13073—1991《岩石样品中²²⁶Ra 的分析方法 射气法》。

本标准与 GB/T 13073—1991 相比,主要变化如下:

- 规范了标准的标题;
- 增加了警示、警告内容;
- 增加了废弃物的处理条款;
- 删除了目次;
- 简化了测量仪器;
- 更正了部分错误。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:核工业北京地质研究院。

本标准主要起草人:武朝辉、刘立坤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13073—1991。

7.3.3 选择仪器工作条件

将平衡后计数率约 20 cps(个/秒)的氦气送入闪烁室中,3 h 后计数。测量不同阈值时相应的高压—计数率关系曲线,从中选择具有“坪长”大于 60 V,“坪斜”每 100 V 小于 15% 的曲线的阈值为探测器的甄别阈。

在选定的甄别阈下,测量坪区高压—本底计数率关系曲线,选取本底计数率足够低的电压为探测器的工作电压。

如果使用计算机控制的测氦仪,上述参数已在计算机中设置。

在选定电压下连续获取 15 个读数,计算平均计数率 \bar{n} 和标准差 σ ,用 σ 和 $\sqrt{\bar{n}}$ 比较,若 $\sigma < 1.5\sqrt{\bar{n}}$,则认为稳定性合格,工作条件的选择完成,否则在同一坪区改变电压,重新选择工作点。

7.3.4 封样

将 7.1.6 和 7.2.5 中装入扩散器的样品,用空气洗带法抽走积累的氦气(不要太快,以免溶液溢出),15 min~25 min 后用止水夹和玻璃活塞将扩散器两端封闭(见图中 1,3)。记下封闭时间 t_1 ,作为氦气积累开始的时间,积累时间按 ^{226}Ra 活度而定, ^{226}Ra 活度大于 20 Bq,积累 1 d~2 d;活度在 1 Bq~20 Bq,积累 3 d~8 d;活度小于 1 Bq,积累 10 d~15 d。

7.3.5 闪烁室本底

将每个闪烁室在选定的高压、阈值下多次测量本底计数率,取平均值。在样品计数率高于本底计数率 3 倍时,取各闪烁室的平均本底 \overline{DS} 为这批闪烁室的本底。在样品计数率不足本底计数率 3 倍时,要增加本底值的测量时间,选用本底计数率低的闪烁室,并单独计算本底。

7.3.6 装置系统

装置系数是指在确定的测量条件下,在该套装置上,单位时间内的计数相当于被测样品的 ^{226}Ra 活度值。

将 3 份~6 份 ^{226}Ra 标准溶液按 7.3.4 封闭 1 d~3 d 后,用 7.4 的方法共测定 20 次以上,按 8.1 计算系数,并求其平均系数 \bar{k} 。计算时弃去大于 2 倍标准差的系数。

对新的或长期未使用的闪烁室要经漏气检查后用 2 个~3 个 ^{226}Ra 标准测量 3 次~5 次,其平均系数在 \bar{k} 的允许范围内才能使用。

7.4 活度的测量

7.4.1 将已知本底的闪烁室的一个出口用止水夹夹紧,另一出口和真空泵相接,以压力计为指示,抽成真空(低于百分之一大气压即可),立刻用螺旋夹封闭。

7.4.2 抽真空的闪烁室通过干燥管和待测样品的扩散器相接。连接方法见图 1。

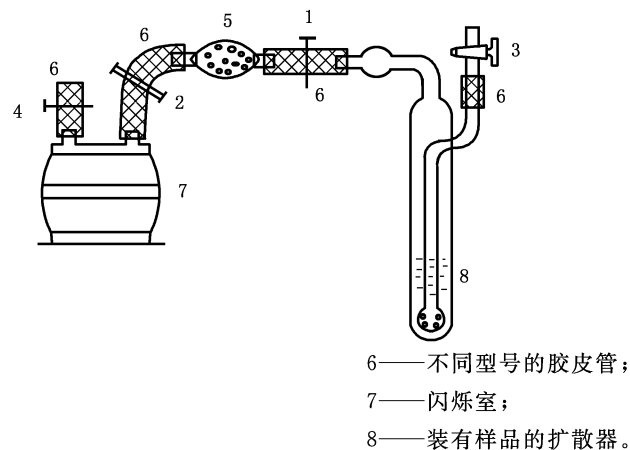


图 1 送气系统连接图

岩石样品 ^{226}Ra 的测定 射气法

警示:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了岩石样品中 ^{226}Ra 的射气法测量方法。

本标准适用于岩石样品、土壤样品中 ^{226}Ra 的测量。生物样品及其他固体样品经过适当分解和镭的富集后,也可参照使用。

测定范围:硫酸钡-乙二胺四乙酸二钠(EDTA 二钠)法为 $\geq 9.0 \times 10^{-9}$ Bq/g,碳酸钡-盐酸法为 $\geq 1.8 \times 10^{-2}$ Bq/g。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)

GB 9133 放射性废物的分类

GB 14500 放射性废物管理规定

3 原理

3.1 方法提要

通过测量 ^{222}Rn 来得到 ^{226}Ra 的含量。其中岩石样品的分解和 ^{226}Ra 溶液的制备包括:碱熔-硫酸钡共沉淀-乙二胺四乙酸二钠溶解法和碱熔-碳酸钡共沉淀-盐酸溶解法。两种方法可任意选择使用。 ^{222}Rn 的测定采用闪烁射气法。

3.2 硫酸钡-乙二胺四乙酸二钠法

样品经氢氧化钠、过氧化钠混合试剂在 650 °C 熔融后,用水提取,盐酸酸化。硫酸钡共沉淀富集镭,再用乙二胺四乙酸二钠溶解,得到小体积透明溶液,装入扩散器,封闭数天积累氦气,用空气洗带使氦气从溶液中转入闪烁室 50 min 后在室内测氦仪上测量,与标准镭溶液比较,计算样品镭含量。

3.3 碳酸钡-盐酸法

样品经氢氧化钠、过氧化钠、无水碳酸钠和氯化钡混合试剂在 650 °C 熔融后,用水提取,滤纸过滤。用热盐酸将沉淀溶解于原烧杯,装入扩散器,封闭数天积累氦气,以下同 3.2 中的相同方法测量和计算。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用符合国家标准和分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度水。

4.1 氢氧化钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 无水碳酸钠。

4.4 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ^{226}Ra 比活度低于 2.0×10^{-2} Bq/g)。

4.5 甘露醇。

4.6 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。