

ICS 73.020
D 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 13072—2010
代替 GB/T 13072—1991

GB/T 13072—2010

地质水样 $^{226}\text{Ra}/^{228}\text{Ra}$ 放射性活度 比值测定 射气法- β 法

Geological water samples—Determination of radioactive ratio $^{226}\text{Ra}/^{228}\text{Ra}$ —
Emanation- β counting techniques

中华人民共和国
国家标准
地质水样 $^{226}\text{Ra}/^{228}\text{Ra}$ 放射性活度
比值测定 射气法- β 法
GB/T 13072—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 15 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-41036 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 13072-2010

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

\bar{B}_8 ——空白试剂中²²⁸Ra的平均计数率,单位为个每秒(cps);

λ_8, e, t_1, t_2 ——同式(1)。

当 $t_1 \geq 48$ h 时,式(3)可简化为:

$$k_8 = \frac{A_8}{\frac{N_8 - \bar{n}_c}{e^{-\lambda_8 t_2}} - \bar{B}_8} \dots\dots\dots(4)$$

用 12 份标准²²⁸Ra 溶液,可测得平均装置系数 \bar{k}_8 。

8.1.3 样品中²²⁸Ra 活度的计算

按式(5)计算。

$$^{228}\text{Ra} = \bar{k}_8 \left(\frac{N_s - \bar{n}_c}{(1 - e^{-\lambda_8 t_1}) e^{-\lambda_8 t_2}} - \bar{B}_8 \right) \dots\dots\dots(5)$$

式中:

²²⁸Ra——样品中²²⁸Ra 的活度,单位为贝克(Bq);

N_s ——样品的计数率,单位为个每秒(cps);

\bar{k}_8 ——装置系数平均值,单位为贝克秒每个(Bq/cps);

λ_8, e, t_1, t_2 ——同式(1);

\bar{n}_c, \bar{B}_8 ——同式(3)。

当 $t_1 \geq 48$ h 时,式(3)可简化为:

$$^{228}\text{Ra} = \bar{k}_8 \left(\frac{N_s - \bar{n}_c}{e^{-\lambda_8 t_2}} - \bar{B}_8 \right) \dots\dots\dots(6)$$

8.2 ²²⁶Ra 活度的计算

8.2.1 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值 \overline{DS} 为这批闪烁室的本底。在样品计数率不足本底计数率的 3 倍时,要增加本底的测量时间,选取本底低的闪烁室,并单独计算本底。

8.2.2 装置系数按式(7)计算装置系 k_6 。

$$k_6 = \frac{A_6(1 - e^{-\lambda_6 t_3})}{N_6 - \overline{DS}} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

k_6 ——装置系数,单位为贝克秒每个(Bq/cps);

A_6 ——标准镭溶液的²²⁶Ra 活度,单位为贝克(Bq);

e ——自然对数的底;

λ_6 ——²²²Rn 的衰变常数,取 0.1813 d^{-1} ;

t_3 ——氡气积累时间,为 $T_5 - T_4$,单位为天(d);

N_6 ——标准镭溶液的计数率,单位为个每秒(cps);

\overline{DS} ——闪烁室的平均本底计数率,单位为个每秒(cps);

T_5, T_4 ——分别见 7.4.2 和 7.3.4.2。

将 3 份~6 份²²⁶Ra 标准溶液按 7.3.4 封闭数天后,用 7.4 的方法任意取常用的闪烁室共测量 20 次以上,按式(7)计算系数,并求其平均值 \bar{k}_6 。大于 2 倍标准差的系数弃去。

注:对新的或长期未使用的闪烁室需首先进行漏气检查,然后用 2 个~3 个²²⁶Ra 标准共测量 3 次~5 次,其平均系数在 \bar{k}_6 的允许范围内才能使用。

8.2.3 ²²⁶Ra 的回收率:在 50 mL 离心管中加入 25 mL 水和已知活度的²²⁶Ra 标准溶液,1 mL 氯化钡溶液(4.9)和 1.5 mL 盐酸溶液(4.4),沸水浴中用 1 mL 硫酸溶液(4.6)沉淀硫酸钡,放置 4 h 或过夜后离心分离去清液,沉淀用 10 mL 水洗一次,在沸水浴上加 6 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(4.11)溶解沉

前 言

本标准代替 GB/T 13072—1991《地质水样中²²⁶Ra/²²⁸Ra 的活度比值分析方法》。

本标准与 GB/T 13072—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 13072—1991。

将平衡后计数率约 20 cps(每秒钟的计数)的氦气送入闪烁室,3 h 后计数。测量各个阈值点相应的高压——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,选取本底计数率低(<0.05 cps)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

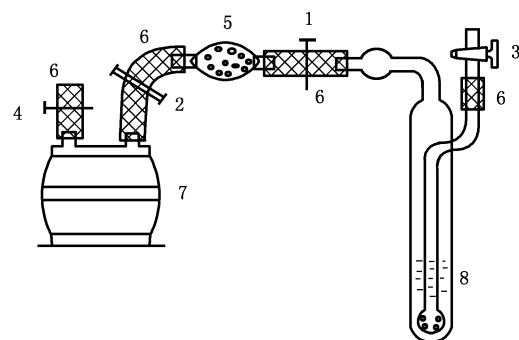
向 7.2.2 中的硫酸钡沉淀 B 中加 6 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(4.11)、0.3 g 甘露醇(4.1)和 20 mL 水。在沸水浴中溶解,用小漏斗将其装入扩散器中,控制洗涤后的溶液总体积约为扩散器容积的三分之一。

装入扩散器的样品用空气洗带法抽走积累的氦气(控制速度以免溶液溢出),15 min~25 min 后用止水夹(图 1 中“1”)和玻璃活塞(图 1 中“3”)将扩散器两端封闭。记下封闭时间 T_4 ,作为氦气积累的开始。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。

7.4 ^{226}Ra 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,另一个出口和真空泵相接,用压力计为指示抽真空,(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的扩散器相接,连接方法见图。



- 1、4——止水夹;
2——螺旋夹;
3——玻璃活塞;
5——干燥管;
6——不同型号的胶皮管;
7——闪烁室;
8——装有样品的扩散器。

图 1 送气系统连接图

接好后打开“1”,使胶皮管松开,再拧松“2”,此时扩散器内有大量气泡通过溶液,大部分积累的氦气此时进入闪烁室。当气泡消失后再小心打开“3”,控制有缓慢连续的气泡,10 min 后调节“3”,使气泡适当加快,并控制使送气在 15 min 结束。送气后要立刻封闭“2”,取下闪烁室和干燥管,并封闭“1”和“3”。记下送气结束的时间 T_5 , T_5 是氦气积累的结束时间,也是下次测量重新积累的开始。用过的干燥管立刻放入无水氯化钙(4.23)的干燥器中。

7.4.3 送完气的闪烁室放置 50 min 以上,在测氦仪(5.5)上测量,计数前要避光 1 min 以上,按 ^{226}Ra

地质水样 $^{226}\text{Ra}/^{228}\text{Ra}$ 放射性活度 比值测定 射气法- β 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

本标准规定了地质水样中 $^{226}\text{Ra}/^{228}\text{Ra}$ 放射性活度比值的分析方法,其中, ^{226}Ra 用射气法测量, ^{228}Ra 通过其子体 ^{228}Ac 在低本底 β 装置上测量。

本标准适用于地表水、地下水、铀矿坑水和铀工厂废水中 $^{226}\text{Ra}/^{228}\text{Ra}$ 放射性活度比值的分析,环境污水、海水及固体样品经过相应处理后也可参照使用。

测定范围: ^{226}Ra 比活度 $>3.6 \times 10^{-3}$ Bq/L 和 ^{228}Ra 比活度 $>3.5 \times 10^{-3}$ Bq/L 以上的各种比值。

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,其随后所有的修改版(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

5 L 酸化过的水样中用硫酸铅、钡共沉淀富集镭,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA 二钠)溶解,过滤去不溶杂质后重新用硫酸盐沉淀,待子体 ^{228}Ac 生长后用二乙三胺五乙酸(DTPA, $\text{C}_{14}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_{10}$) 溶解,再作硫酸盐沉淀,使 ^{228}Ac 与母体 ^{226}Ra 分离,溶液用磷酸二(2-乙基己基)酯(P_{204} , $\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{O}_4\text{P}$) 萃取,硝酸反萃取,草酸铈沉淀制源,在低本底 β 装置上测量 ^{228}Ac ,和标准溶液比较,得到 ^{228}Ac 的活度,再换算成 ^{228}Ra 的活度。硫酸盐沉淀用乙二胺四乙酸二钠溶解,装入扩散器。封闭数天后用射气法测量 ^{226}Ra 和标准镭溶液比较得到 ^{226}Ra 的活度,最后计算 ^{226}Ra 和 ^{228}Ra 的放射性活度比。

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 甘露醇。
- 4.2 无水乙醇(ρ 0.78 g/mL)。
- 4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.4 盐酸溶液(1+2)。
- 4.5 硝酸溶液(1+14)。
- 4.6 硫酸溶液(1+1)。
- 4.7 氢氧化钠溶液(100 g/L):100 g 氢氧化钠溶于水,稀释到 1 000 mL。
- 4.8 氨水溶液(1+2)。