

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB 37/T 3458—2018

环境生物 氚、碳-14 的测定 液体闪烁计数 法

Environmental organisms—Determination of tritium and carbon 14
activities—Liquid scintillation counting method

2018 - 12 - 29 发布

2019 - 01 - 29 实施

山东省市场监督管理局 发 布

目 次

前言..... III

引言..... IV

1 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..... 3

7 样品采集..... 3

8 分析步骤..... 3

 8.1 组织自由水氟..... 3

 8.2 有机结合氟..... 3

 8.3 碳-14..... 4

 8.4 仪器刻度..... 4

9 结果计算..... 5

 9.1 组织自由水氟..... 5

 9.2 有机结合氟..... 5

 9.3 碳-14..... 6

 9.4 探测下限..... 6

10 精密度和准确度..... 6

11 质量保证与质量控制..... 6

 11.1 仪器设备..... 6

 11.2 样品分析..... 6

12 不确定度..... 6

 12.1 计数不确定度..... 7

 12.2 扩展不确定度..... 7

13 废物处理..... 7

附 录 A （资料性附录） 采样量推荐值..... 8

附 录 B （资料性附录） 关于标准实施的有关说明..... 9

附 录 C （资料性附录） 方法的精密度和准确度..... 10

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省生态环境厅提出并监督实施。

本标准由山东省环保标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省核与辐射安全监测中心。

本标准主要起草人：程丰民、丁洪深、刘文娜、赵新景、史蕾、王荣锁。

引 言

参加本标准方法的验证单位：山东省核与辐射安全监测中心、江苏省核与辐射安全监督管理局、福建省辐射环境监督站、辽宁省核与辐射监测中心、国家海洋局北海环境监测中心、山东核电有限公司。

环境生物 氚、碳-14 的测定 液体闪烁计数法

警告：高锰酸钾具有强氧化性，氢氧化钠具有强腐蚀性，无水乙醇具有易燃性，甲苯具有易燃性、低毒性，氚标准溶液、碳-14标准粉末具有放射性，使用时应按规定佩戴防护器具，避免吸入或接触皮肤。

1 范围

本标准规定了测定环境生物中氚、碳-14的液体闪烁计数法。

本标准适用于环境生物中组织自由水氚、有机结合氚、碳-14的测定。

本方法的探测下限取决于：组织自由水占生物鲜样的质量分数、氢元素占生物干样的质量分数、碳元素占生物干样的质量分数、仪器计数效率、仪器本底、测量时间等。典型条件下，组织自由水氚的探测下限可达0.9 Bq/(kg·鲜)，有机结合氚的探测下限可达0.3 Bq/(kg·鲜)，碳-14的探测下限可达16.0 Bq/(kg·鲜)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 12375 水中氚的分析方法

GB 14883.2 食品安全国家标准 食品中放射性物质氢-3的测定

GB/T 19143 岩石有机质中碳、氢、氧元素分析方法

HJ/T 61 辐射环境监测技术规范

HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定

EJ/T 1008 空气中¹⁴C的取样与测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

液体闪烁计数法 liquid scintillation counting method

放射性核素在由溶剂和闪烁体组成的闪烁液中衰变，吸收衰变能受激的溶剂分子随后将能量传递给闪烁体，闪烁体在退激时发射的可见光光子被光电倍增管探测，转变成电子流后放大为电流脉冲，从而被探测的技术。

3.2

组织自由水氚 tissue free water tritium

生物体内分布在水中的氚通常称为组织自由水氚。本标准中的组织自由水氚样品指真空冷冻提取的液态水样品。

3.3

有机结合氚 organically bound tritium

生物体内与有机分子结合的氚通常称为有机结合氚。本标准中的有机结合氚样品指真空冷冻获取的生物干样经催化氧化燃烧后收集的液态水样品。

4 方法原理

生物鲜样真空冷冻分离为液态水和生物干样，液态水经纯化为组织自由水氚试样；生物干样经氧化铜的催化与氧气反应生成水蒸汽和二氧化碳，生成的水蒸汽经冷凝、纯化为有机结合氚试样；生成的二氧化碳被氢氧化钠溶液吸收后与氯化钙溶液反应，生成碳酸钙沉淀为碳-14试样。

水分测定仪、元素分析仪、低本底液体闪烁计数器依次测量自由水占生物鲜样的质量分数、氢和碳元素占生物干样的质量分数、氚和碳-14的活度浓度，计算得生物鲜样品中组织自由水氚、有机结合氚和碳-14的活度浓度。

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和蒸馏水。

- 5.1 高锰酸钾 (KMnO_4)。
- 5.2 无水碳酸钠 (Na_2CO_3)。
- 5.3 氯化铵 (NH_4Cl)。
- 5.4 氯化钙 (CaCl_2)。
- 5.5 饱和氯化钙溶液 (CaCl_2)。
- 5.6 无水碳酸钙 (CaCO_3)：石油或无机矿物制品，用于碳-14 本底测试。
- 5.7 甲苯 (C_7H_8)。
- 5.8 无水乙醇 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)：质量浓度 $\geq 99.5\%$ 。
- 5.9 铜管：纯度 $\geq 98.0\%$ 。
- 5.10 2,5-二苯基噁唑 ($\text{OC}(\text{C}_6\text{H}_5)=\text{NCH}=\text{CC}_6\text{H}_5$)：简称 PPO，闪烁纯。
- 5.11 1,4-[双-(5-苯基噁唑基-2)]苯 ($[\text{OC}(\text{C}_6\text{H}_5)=\text{CHN}=\text{C}]_2\text{C}_6\text{H}_4$)：简称 POPOP，闪烁纯。
- 5.12 TritonX-100 ($\text{C}_{8}\text{H}_{17}(\text{C}_6\text{H}_4)(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_{10}\text{OH}$)，化学纯。
- 5.13 氚闪烁液：按照 GB 12375 中的相应规定，称取 6.00 g PPO 和 0.30 g POPOP，置于 1 000 ml 容量瓶中，用甲苯与 Triton X-100 体积比为 5:2 的混合溶剂溶解定容，混匀后避光保存。也可使用市售已配好的商品闪烁液，用户应检验替代的商品闪烁液的性能与最佳使用条件，以保证可接受性。
- 5.14 碳-14 闪烁液：按照 EJ/T 1008 中的相应规定，称取 4.00 g PPO 和 0.30 g POPOP，置于 1 000 ml 容量瓶中，用甲苯与 Triton X-100 体积比为 5:2 的混合溶剂溶解定容，混匀后避光保存。也可使用市售已配好的商品闪烁液，用户应检验替代的商品闪烁液的性能与最佳使用条件，以保证可接受性。
- 5.15 氢氧化钠 (NaOH)。
- 5.16 氢氧化钠溶液 (NaOH)：6.0 mol/L。称取 240.0 g 氢氧化钠溶于水中并定容至 1 000 ml。
- 5.17 本底水：氚计数率尽量低的深井水、冰川水。
- 5.18 氚标准溶液：氚活度浓度范围为 10 Bq/L~100 Bq/L；电导率 $\leq 5.0\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。
- 5.19 碳-14 标准粉末 (CaCO_3)：碳-14 活度浓度范围为 1 Bq/g~100 Bq/g。

- 5.20 高纯氧气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 5.21 高纯氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 5.22 沸石。

6 仪器和设备

- 6.1 低本底液体闪烁计数器：氚本底 $\leq 1.0 \text{ min}^{-1}$ ，氚计数效率 $\geq 20\%$ ；碳-14本底 $\leq 2.0 \text{ min}^{-1}$ ，碳-14计数效率 $\geq 15\%$ 。
- 6.2 水分测定仪：可测定生物样品中自由水的质量分数，不确定度 $\leq 3.0\%$ 。
- 6.3 元素分析仪：可测定生物干样中氢、碳元素的质量分数，不确定度 $\leq 3.0\%$ 。
- 6.4 氚碳氧化炉：温控范围为 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，温控精度 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；样品舟容量 $\geq 100\text{ ml}$ 。
- 6.5 冷冻干燥机：冷阱温度 $\leq -70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.6 电导率仪：测量范围至少包含 $1.0\text{ }\mu\text{S/cm}\sim 1.0\text{ mS/cm}$ 。
- 6.7 蒸馏装置：由 500 ml 或 100 ml 圆底烧瓶、蛇形冷凝管和导管等组成。
- 6.8 电动磨粉机。
- 6.9 分析天平，感量为 0.1 mg 和 0.01 g 。
- 6.10 冷凝器。
- 6.11 聚乙烯计数瓶： 20 ml 。
- 6.12 低钾玻璃计数瓶： 20 ml 。
- 6.13 玻璃瓶： 100 ml 、 500 ml 。
- 6.14 振荡器。
- 6.15 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品采集

按照HJ/T 61中的相关规定进行生物样品的采集，采样量推荐值见附录A。

稻和麦等谷类的籽实：脱壳，去砂石等杂物；草叶类：取可食入部分清洗并用吸水纸擦干表面；动物类：去骨、去内脏（去鳞），取可食入部分清洗并用吸水纸擦干表面。

8 分析步骤

8.1 组织自由水氚

- 8.1.1 取 $5\text{ g}\sim 15\text{ g}$ 混匀的生物鲜样，置于水分测定仪样品盘内，均匀摊开并使样品高度为 $2\text{ mm}\sim 5\text{ mm}$ ，设定水分测定仪加热温度为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，测量自由水占生物鲜样的质量分数 ω_1 。
- 8.1.2 将约 1.0 kg 混匀的生物鲜样，用冷冻干燥机真空冷冻至干样恒重（约 48 h ），分别收集生物干样和冷阱中融化后的液态水。
- 8.1.3 取 $50\text{ ml}\sim 300\text{ ml}$ 液态水样品置于圆底烧瓶，按照每 50 ml 样品 0.05 g 高锰酸钾、 0.1 g 无水碳酸钠的比例加入上述试剂，加入少量沸石，蒸馏并收集中段且电导率 $\leq 5\text{ }\mu\text{S/cm}$ 的馏出液。
- 8.1.4 准确称取 6.00 g 馏出液于聚乙烯计数瓶中，加入 14.0 ml 氚闪烁液，震荡摇匀，用酒精棉球擦拭外壁后，置于低本底液体闪烁计数器中，避光 12 h 后测量 $1\text{ }000\text{ min}$ 。

8.2 有机结合氚

8.2.1 按步骤 8.1.1 测量自由水占生物鲜样的质量分数 ω_1 。

8.2.2 按步骤 8.1.2 收集生物干样。

8.2.3 用电动磨粉机将生物干样磨成粉状，准确称取 50.0 mg，置于元素分析仪测试氢元素占生物干样的质量分数 ω_2 。

8.2.4 称取 30 g~100 g 的粉状生物干样置于样品舟内，将样品舟置于氩碳氧化炉炉腔氧化燃烧区。根据生物干样氧化燃烧系统示意图（见图 1），在氩碳氧化炉进气端连接高纯氧气和高纯氮气，调节流量调节阀，以 0.5 L/min~0.7 L/min 的流速通入 1:1 的氧、氮混合气赶净炉腔内空气，然后在出气端依次连接冷凝器、安全瓶和装有 800 ml 氢氧化钠溶液的吸收瓶，检查系统气密性，开启冷凝器、氩碳氧化炉，保持催化氧化区温度为 600 °C。设定氧化燃烧区温度依次为 150 °C、200 °C、250 °C、300 °C、600 °C，且当氧化燃烧区温度升高至设定温度后均需保持 2 h。

8.2.5 收集冷凝器内的液态水样，按步骤 8.1.3、8.1.4 处理和测量。

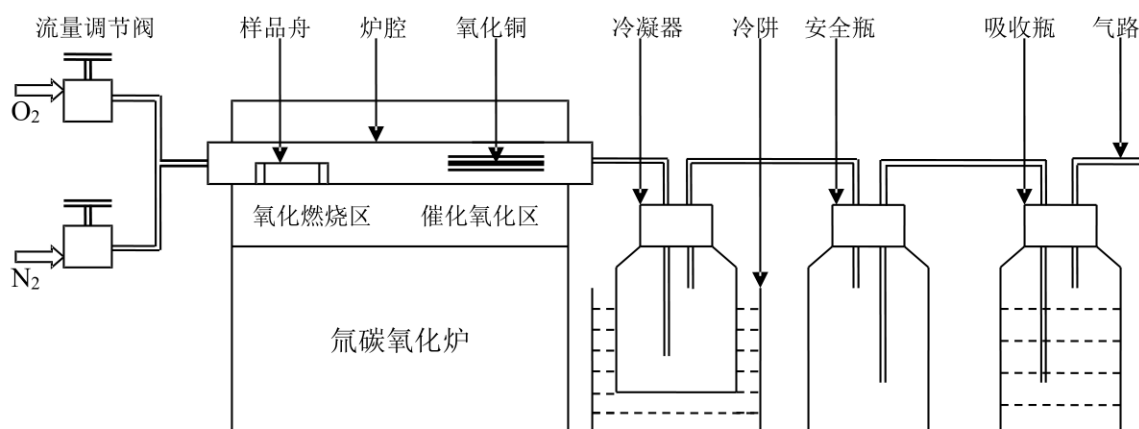


图 1 生物干样氧化燃烧系统示意图

8.3 碳-14

8.3.1 按步骤 8.1.1 测量自由水占生物鲜样的质量分数 ω_1 。

8.3.2 按步骤 8.1.2 收集生物干样。

8.3.3 按步骤 8.2.3 测试碳元素占生物干样的质量分数 ω_3 。

8.3.4 按步骤 8.2.4 收集生物干样氧化燃烧生成的二氧化碳气体。

8.3.5 移取 50 ml 左右吸收瓶内的溶液于 500 ml 烧杯，并用蒸馏水稀释至 200 ml 左右。用氯化铵调节 pH 至 10~11，缓慢加入饱和氯化钙溶液至碳酸钙沉淀完全析出并静置过夜；弃去上清液，将碳酸钙沉淀抽滤，依次用蒸馏水和无水乙醇分别清洗沉淀 3 次后于 105 °C 烘箱内烘干至恒重。

8.3.6 准确称取 2.000 g 研磨成粉后的碳酸钙于 20 ml 低钾玻璃计数瓶，加入 4.00 ml 本底水和 14.0 ml 碳-14 闪烁液，震荡摇匀，用酒精棉球擦拭外壁后，置于低本底液体闪烁计数器中，避光 12 h 后测量 300 min。

8.4 仪器刻度

按步骤 8.1.4（或 8.3.6）用本底样品、标准样品分别配置并测量本底试样、标准试样计数率，按公式（1）计算仪器的计数效率。

$$E_x = \frac{N_{Bx} - N_x}{60 \times A_x \times m_x} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

E_x ——仪器的计数效率(x为 H、C时分别代表氡、碳-14,下同), %;

N_{Bx} ——标准试样计数率, min^{-1} ;

N_x ——本底试样计数率, min^{-1} ;

60 ——秒分转换系数, s/min;

A_x ——测量时氡标准溶液(或碳-14标准粉末)活度浓度, Bq/g;

m_x ——氡标准溶液(或碳-14标准粉末)质量, g。

9 结果计算

9.1 组织自由水氡

按公式(2)计算组织自由水氡活度浓度。

$$A_1 = \frac{N_1 - N_H}{60 \times 6.00 \times E_H \times 10^{-3}} \times \omega_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_1 ——组织自由水氡活度浓度, Bq/(kg·鲜);

N_1 ——组织自由水氡试样计数率, min^{-1} ;

N_H ——氡本底试样计数率, min^{-1} ;

60 ——秒分转换系数, s/min;

6.00 ——测量试样的质量, g;

E_H ——仪器对氡的计数效率, %;

ω_1 ——组织自由水占生物鲜样的质量分数, %。

9.2 有机结合氡

按公式(3)计算有机结合氡活度浓度。

$$A_2 = \frac{N_2 - N_H}{60 \times 6.00 \times 11.1\% \times E_H \times 10^{-3}} \times \omega_2 \times (1 - \omega_1) \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_2 ——有机结合氡活度浓度, Bq/(kg·鲜);

N_2 ——有机结合氡试样计数率, min^{-1} ;

N_H ——氡本底试样计数率, min^{-1} ;

60 ——秒分转换系数, s/min;

6.00 ——测量试样的质量, g;

11.1 % ——氢元素占水的质量分数;

E_H ——仪器对氡的计数效率, %;

ω_2 ——氢元素占生物干样的质量分数, %;

ω_1 ——组织自由水占生物鲜样的质量分数, %。

9.3 碳-14

按公式（4）计算碳-14活度浓度。

$$A_3 = \frac{N_3 - N_c}{60 \times 12.0\% \times E_c \times m \times 10^{-3}} \times \omega_3 \times (1 - \omega_1) \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- A_3 ——碳-14活度浓度，Bq/（kg•鲜）；
- N_3 ——碳-14试样计数率，min⁻¹；
- N_c ——碳-14本底试样计数率，min⁻¹；
- 60 ——秒分转换系数，s/min；
- 12.0 % ——碳元素占碳酸钙的质量分数；
- E_c ——仪器对碳-14的计数效率，%；
- m ——测量碳酸钙试样的质量，g；
- ω_3 ——碳元素占生物干样的质量分数，%；
- ω_1 ——组织自由水占生物鲜样的质量分数，%。

9.4 探测下限

按公式（5）计算最小可探测样品净计数率。

$$LLD = 4.65 \times \sqrt{N_0/t_0} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- LLD ——最小可探测样品净计数率，min⁻¹；
 - N_0 ——本底试样计数率，min⁻¹；
 - t_0 ——本底试样测量时间（与测试试样时间相同），min。
- LLD对应的样品放射性活度浓度为探测下限。

10 精密度和准确度

精密度和准确度按HJ 168等相关要求和计算方法进行测定，测定示例见附录C。

11 质量保证与质量控制

11.1 仪器设备

根据HJ/T 61中的相关规定，水分测定仪、元素分析仪、低本底液体闪烁计数器、分析天平等仪器设备应定期在国家计量部门或其授权的计量站进行检定，低本底液体闪烁计数器的性能检验还要包括长期可靠性检验和泊松分布检验。

11.2 样品分析

根据HJ/T 61中的相关规定，样品分析过程的质量控制通过质量控制样品实施，质量控制样品包括平行样、加标样和空白样。

12 不确定度

12.1 计数不确定度

在放射性测量中，计数不确定度是分析结果总不确定度的主要来源。样品的计数不确定度（即计数标准差）按公式（6）计算。

$$u = \frac{\sqrt{N_z/t_z + N_x/t_x}}{N_z - N_x} \dots\dots\dots (6)$$

式中：
U ——样品计数不确定度；
N_z ——试样计数率，min⁻¹；
t_z ——试样测量时间，min；
N_x ——本底试样计数率，min⁻¹；
t_x ——本底试样测量时间，min。
*z*为1、2、3时分别代表组织自由水氡、有机结合氡、碳-14，*x*为H、C时分别代表氡、碳-14。

12.2 扩展不确定度

测量结果的扩展不确定度按公式（7）计算。

$$U = k\sqrt{u_A^2 + u_B^2} \dots\dots\dots (7)$$

式中：
U ——扩展不确定度；
k ——包含因子，一般取2，相应的置信度约为95 %；
u_A ——A类不确定度；
u_B ——B类不确定度。

A类不确定度是用对观测列进行统计分析的方法来评定的标准不确定度，如由统计计数引入的不确定度等。B类不确定度是用不同于对观测列进行统计分析的方法来评定的标准不确定度，如因计数效率、自由水占生物鲜样的质量分数、氢（碳）元素占生物干样的质量分数等引入的不确定度。对于测量结果，当有数项不确定度来源时，需对各类不确定度进行合成，并在报告中予以说明。

13 废物处理

测量后的试样不得随意丢弃，应贮存在专用废物桶内，并定期委托有资质的单位处置。

附 录 A
(资料性附录)
采样量推荐值

生物样品的采样量推荐值见表A. 1

表 A. 1 环境生物样品采样量推荐值

类别	采样量 (kg)
谷类	3.0
草叶类	2.0
水果	2.0
木材	3.0
鱼肉	1.0
家禽家畜肉	1.0

附 录 B
(资料性附录)
关于标准实施的有关说明

1. 采集的生物鲜样应尽快切碎混匀并取适量测试水分含量,其余混匀样品立即真空冷冻分析(或装入真空袋在冰箱内冷藏贮存)。
2. 生物干样在制备有机结合氚样品过程中,应尽量减少与空气的接触,避免生物干样吸水影响测量结果。
3. 氚碳氧化炉处理含油脂较多的样品,氧化燃烧区温度升至200℃~300℃区间时,应适当延长恒温时间。
4. 若组织自由水氚或有机结合氚样品量较少,可先蒸馏再将馏出液通过EC20MB混合离子交换树脂吸附除杂,收集电导率 $\leq 5\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 的滤液作为待测样品。
5. 若组织自由水氚或有机结合氚样品中还原性物质较多,需加大高锰酸钾的加入量,先对样品进行2 h左右的回流后再蒸馏。并且回流和蒸馏过程中,溶液应始终保持红色。
6. 本标准推荐但不限定样品与闪烁液的配比,且本底试样、标准试样、待测试样样品与闪烁液的配比应一致。
7. 根据监测目的不同,可参照《水中氚的分析方法》(GB 12375)增加电解浓集步骤,满足更低探测下限的要求。
8. 必要时测量结果需进行放射性衰变修正。

附 录 C

（资料性附录）

方法的精密度和准确度

C.1 方法的精密度

C.1.1 组织自由水氚

多家验证实验室对含组织自由水氚活度浓度约为 $5.84 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 和 $16.2 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 统一样品进行了测定,实验室内相对标准偏差: $3.33\%\sim 12.1\%$, $1.71\%\sim 4.35\%$; 实验室间相对标准偏差: 10.6% , 4.81% ; 重复性限: $1.53 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$, $1.63 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$; 再现性限: $2.23 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$, $2.63 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 。

C.1.2 有机结合氚

多家验证实验室对含有机结合氚活度浓度约为 $0.149 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 和 $0.892 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 的统一样品进行测定,实验室内相对标准偏差: $8.82\%\sim 28.3\%$, $3.13\%\sim 15.7\%$; 实验室间相对标准偏差: 7.58% , 11.6% ; 重复性限: $0.0723 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$, $0.289 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$; 再现性限: $0.0732 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$, $0.392 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 。

C.1.3 碳-14

多家验证实验室对含碳-14活度浓度约为 $7.45 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 和 $36.7 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 的统一样品进行测定,实验室内相对标准偏差: $5.96\%\sim 22.1\%$, $5.92\%\sim 22.8\%$; 实验室间相对标准偏差: 12.0% , 10.6% ; 重复性限: $2.66 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$, $13.2 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$; 再现性限: $3.49 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$, $16.2 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 。

C.2 方法的准确度

C.2.1 组织自由水氚

多家验证实验室对含组织自由水氚的统一样品进行了加标分析测定,加标回收率: $95.1\%\sim 98.7\%$; 加标回收率最终值: $(97.2\pm 3.24)\%$ 。

C.2.2 有机结合氚

多家验证实验室对含有机结合氚活度浓度为 $0.883 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 的已知活度浓度样品进行了分析测定,相对误差: $-6.80\%\sim 18.9\%$; 相对误差最终值: $(1.10\pm 24.0)\%$ 。

C.2.3 碳-14

多家验证实验室对含碳-14活度浓度为 $34.4 \text{ Bq}/(\text{kg}\cdot\text{鲜})$ 的已知活度浓度样品进行了分析测定,相对误差: $2.91\%\sim 18.9\%$; 相对误差最终值: $(10.1\pm 15.0)\%$ 。