

DB63

青 海 省 地 方 标 准

DB 63/T 2314—2024

盐湖卤水中总放射性的测定 厚源法

2024 - 06 - 19 发布

2024 - 07 - 25 实施

青海省市场监督管理局

发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器设备 2

7 样品采集与制备 2

8 分析步骤 2

9 结果计算 3

10 精密度与准确度 3

11 质量控制 3

12 废物处理 4

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由青海省核工业地质局提出。

本文件由青海省自然资源厅归口。

本文件的起草单位为：青海省核工业地质局、青海省核工业检测试验中心。

本文件的主要起草人：马振营、范志平、蒋常菊、雷占昌、谈成英、马福宝、赵凌、马兴娟、段建华、曹天琦、费发源、虞洁。

本文件由青海省自然资源厅监督实施。

盐湖卤水中总放射性的测定 厚源法

警告：实验过程中使用硝酸，乙醇以及微量放射性具有腐蚀性和放射性，试剂配制在通风橱进行，操作时佩戴防护器具，避免吸入呼吸道和接触皮肤，样品蒸发过程中应避免飞溅。

1 范围

本文件规定了盐湖卤水中总放射性的测定 厚源法的原理、试剂和材料、仪器设备、样品采集制备、分析步骤、计算结果、精密度与准确度、质量控制、废物处理等内容。

本文件适用于盐湖卤水中总放射性的测定，方法探测下限取决于仪器的探测效率，探测时间以及残渣质量，探测限：总 α ：0.016 Bq/L，总 β ：0.028 Bq/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 494 水质 采样技术指导

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

水样酸化后，蒸发浓缩转化成无机盐，在马弗炉内灼烧，准确称量样品置样品盘，在已经刻度好的低本底 α/β 测量仪上测定。

5 试剂和材料

5.1 有证书标准物质： ^{241}Am 、 ^{40}K 。

5.2 盐酸 $\rho(\text{HCl})=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.3 硝酸 $\rho(\text{HNO}_3)=1.42\text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.4 硝酸溶液（2+98）：用硝酸（4.3）配制。

5.5 无水乙醇：纯度 $>95\%$ 。

5.6 氩甲烷：纯度 $>99.99\%$ 。

5.7 实验室用水：符合 GB/T 6682 的规定。

5.8 本文件除非另有说明外，在分析中均使用符合国家标准和分析纯试剂。

6 仪器设备

6.1 烧杯：5000mL。

6.2 容量瓶：100mL。

6.3 陶瓷皿：120mL。

6.4 尼龙筛：粒径 $75\ \mu\text{m}$ 。

6.5 分析天平：感量 $0.1\ \text{mg}$ 。

6.6 马弗炉：控温范围 $200^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 。

6.7 可控温电热板：控温精度 $\pm 0.10^{\circ}\text{C}$ 。

6.8 低本底 α/β 测量仪。

7 样品采集与制备

7.1 样品采集与保存

水质样品的采集按照 HJ 494 执行。

7.2 样品前处理步骤

量取 2L 试样置于 5000 mL 烧杯中，在可控温电热板上缓慢蒸干至小于体积 100 mL，加入硝酸 5 mL，将溶液转移至 100 mL 容量瓶中，分取 10.00 mL 溶液于已恒重的陶瓷皿中，加入 1 mL 硝酸后置于可控温电热板上于 $(60^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C})$ 加热至样品完全干燥，取下冷却，将陶瓷皿置于马弗炉内灼烧 $(350^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C})$ 1h，取出冷却，恒重，将陶瓷皿中残渣研磨至粉末，过尼龙筛（6.4），称取 0.3000 g 过筛样品置于样品盘中，用无水乙醇摊平待测。

8 分析步骤

8.1 通道效率刻度标准曲线的绘制

称取 $0.3000\ \text{g}^{241}\text{Am}$ 、 ^{40}K 标准物质置于样品盘中用无水乙醇摊平后晾干，置于低本底 α/β 测量仪内，计算仪的效率刻度曲线。

8.2 试样

试样测定前，用氩甲烷气体通气至仪器信号降至最低，待分析信号稳定后方可开始测定。按照本文件 8.1 的步骤进行试样的测定。

8.3 空白实验

按照本文件7.2和8.1的步骤进行实验室空白试样的制备与测试。

9 结果计算

样品中放射性总α，其计算见公式（1）。

$$\omega_{\alpha} = \frac{(\rho_1 - \rho_0)}{(\rho_s - \rho_0) \times V} \times m \times A \times 10^{-3} \quad \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot (1)$$

式中：

- ω_{α} ——样品中总α含量，Bq/L；
- ρ_1 ——样品中总α计数率，s⁻¹；
- ρ_0 ——空白样品中总α计数率，s⁻¹；
- ρ_s ——标准样品中总α计数率，s⁻¹；
- V ——取样体积，mL；
- m ——残渣质量，g；
- A ——总α标准物质比活度，Bq/g；

注：测定结果保留三位有效数字。

样品中放射性总β，其计算见公式（2）。

$$\omega_{\beta} = \frac{(\rho_1 - \rho_0)}{(\rho_s - \rho_0) \times V} \times m \times A \times 10^{-3} \quad \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot (2)$$

式中：

- ω_{β} ——样品中总β含量，Bq/L；
- ρ_1 ——样品中总β计数率，s⁻¹；
- ρ_0 ——空白样品中总β计数率，s⁻¹；
- ρ_s ——标准样品中总β计数率，s⁻¹；
- V ——取样体积，mL；
- m ——残渣质量，g；
- A ——总α/总β标准物质比活度，Bq/g；

注：测定结果保留三位有效数字。

10 精密度与准确度

选择5家实验室按照本文件进行方法精密度与准确度实验，按照 GB/T 6379.2 统计方法，计算得出精密度最大为6.22%和3.49%，加标回收率范围：总α为90.8%~106%，总β为90.8%~101%。

11 质量控制

11.1 每批样品应至少做 2 个实验室空白试样，其测定结果均应低于测定下限

11.2 每批量样品按 10%的比例进行平行双样测定，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样，平行双样测定结果的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

11.3 采用随机抽样方法重复分析数量为每批试样数的 20%~30%；试样数不超过 5 个时，重复分析数为 100%；特殊试样或质量要求较高的试样可增加抽取试样的数量直至 100%分析。

12 废物处理

实验过程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。
