

ICS 13.060.99  
Z 33  
备案号: 60623-2019

# DB21

## 辽宁省地方标准

DB21/T 2900-2018

### 固体总 $\alpha$ 放射性的测定 厚源法

Solid - Determination of gross alpha activity - Thick source method



2018-01-22 发布

2018-02-22 发布

辽宁省质量技术监督局

发布

辽宁省环境保护厅

# 目 次

前 言 .....	II
1 适用范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	2
5 仪器和设备 .....	2
6 试剂和材料 .....	3
7 测定步骤 .....	3
8 结果计算 .....	6
9 精密度和准确度 .....	7
10 方法检出线与不确定度 .....	7
11 质量保证和质量控制 .....	8
12 废物处理 .....	10
13 注意事项 .....	10
附录 A .....	11

辽宁省地方标准全文公开  
**DB21**

辽宁省地方标准全文公开

DB21

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由辽宁省环境保护厅提出并归口。

本标准起草单位：辽宁省核与辐射监测中心。

本标准主要起草人：石敏、杜月华、关庆涛、赵爽、张晓妍、王溪睿、姚磊、刘军、高宇、赵丹、刘首正。



# 固体 总 $\alpha$ 放射性的测定 厚源法

## 1 范围

本标准规定了固体总  $\alpha$  放射性的测定厚源法的范围、规范性引用文件、术语和定义、方法原理、仪器和设备、试剂和材料、测定步骤、结果计算、精密度和准确度、方法检出限与不确定度、质量保证和质量控制、废物处理。

本标准适用于样品材质为350℃以下不挥发的固体样品总  $\alpha$  放射性的测定。对生物样等经处理后为固体的物质可参照使用本标准。

方法的探测下限为298Bq/kg, 方法判断下限为149Bq/kg。参见附录A. 3、A. 4和A. 5。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于标准的应用是必不可少的。凡是注明日期的引用文件, 仅所注明日期的版本适用于本标准。

GB/T 5750.13 生活饮用水标准检验方法 放射性指标

GB/T 11682 低本底  $\alpha$  和/或  $\beta$  测量仪

EJ/T 1075 水中总  $\alpha$  放射性浓度的测定厚源法

HJ/T 61 辐射环境监测技术规范

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**总  $\alpha$  放射性** Gross alpha activity

指样品中除氦(由放射性核素镭衰变产生, 天然放射性惰性气体)以外的所有天然和人工放射性核素的  $\alpha$  辐射体总称。

### 3.2

### 饱和有效厚度 The saturated effective thickness

指某一放射性射线照射量率或能注量率随着放射性物质厚度的增加而增加,当放射性物质厚度达到一定程度即饱和厚度时,射线的照射量率或能注量率将不再随放射性物质厚度增加而增加,该厚度为放射性核素的饱和有效厚度。

### 3.3

### 厚源法 Thick source method

对不同直径大小的测量盘来说,铺盘厚度达到放射性物质的饱和有效厚度,对应的取样量为铺样量的“最小取样量”,此铺样方法即为厚源法。

## 4 方法原理

在固体介质中, $\alpha$ 粒子射程极短,当测量源厚度达到有效厚度时,由测量源发射的 $\alpha$ 粒子数不再随固体介质的厚度增加而变化。直接测量厚度大于有效厚度的样品源的 $\alpha$ 计数率,即可计算出样品的总 $\alpha$ 放射性活度浓度。

经破碎烘干后冷却的样品,准确称取不少于“最小取样量”的样品于测量盘内,置于 $\alpha/\beta$ 或 $\alpha$ 测量仪上测量总 $\alpha$ 的计数率,以计算样品中总 $\alpha$ 的放射性比活度。

## 5 仪器和设备

### 5.1 低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪或低本底 $\alpha$ 测量仪

仪器的性能指标应满足 GB/T11682 的要求:单位面积的平均本底计数率 $\leq 1.0$ (计数 $\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$ );效率比 $\geq 70\%$ (参考源为 $^{241}\text{Am}$ 或 $^{239}\text{Pu}$ ,参考活性区为 $\Phi 25\text{mm}$ );效率稳定性 $\leq 10\%$ ;  $\alpha$ 射线对 $\beta$ 道串道比 $\leq 5\%$ 。

### 5.2 分析天平

感量 0.1mg。

### 5.3 红外箱或红外灯

### 5.4 不锈钢测量盘

直径 $\geq 20$ mm, 带有边沿的不锈钢圆盘, 圆盘的厚度至少为  $26.3\text{mg}/\text{cm}^2$ , 测量盘的直径取决于仪器探测器的直径及样品源托的大小。

#### 5.5 马弗炉

在  $(350 \pm 10)$  °C 下保持恒温。

#### 5.6 研钵和研磨棒

#### 5.7 粉碎机

#### 5.8 筛网

100 目分样筛。

#### 5.9 烘箱

#### 5.10 一般实验室常用仪器和设备

### 6 试剂和材料

#### 6.1 无水乙醇 ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ )

分析纯, 含量 $\geq 99.5\%$ 。

#### 6.2 标准物质

以  $^{241}\text{Am}$  粉末为总  $\alpha$  标准物质, 活度浓度值推荐  $5\text{Bq}/\text{g} \sim 100\text{Bq}/\text{g}$ 。需经国内外权威机构认定或计量检定机构检定, 并持有相应的活度浓度证书。总  $\alpha$  标准物质也可选用  $\text{U}_3\text{O}_8$  作为标准物质。如果知道待测样品中可能含有的主要  $\alpha$  放射性核素种类以及化学组分, 应当尽可能地选择与待测样品中含有的主要  $\alpha$  放射性核素的  $\alpha$  射线能量相同或相近的  $\alpha$  核素做参考源, 可提高方法的准确度。

#### 6.3 硫酸钙 ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

优级纯, 使用前应在  $(350 \pm 10)$  °C 干燥恒重后, 置于干燥器中保存。

注: 除非另有说明, 分析时均使用符合或优于国家标准的分析纯化学试剂, 且化学试剂中总  $\alpha$  放射性应低于探测下限。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品源的制备

7.1.1 除去固体样品中的异物如杂草、贝壳等。

7.1.2 将盛有固体样品的盘子置于烘箱中，在105℃下烘2h至完全干燥。

7.1.3 将烘干后的样品用粉碎机对其进行粉碎，并放置于干净的研钵内研成粉末，混匀，用100目分样筛过筛。

7.1.4 根据样品盘大小，取大于分析量的固体粉末放置于称量皿中，在马弗炉内于 $(350 \pm 10)$ ℃温度下灼烧1h后取出，放入干燥器内冷却至恒重，准确称取不少于 $0.1 A mg$ （A为样品盘面积）的固体粉末，并记录。

#### 7.1.5 样品源的制备

将称量的固体粉末（7.1.4）铺在测过 $\alpha$ 放射性本底值的不锈钢测量盘内（7.2.1），加入无水乙醇于粉末上，使浸润在有机溶剂中的固体均匀平铺在测量盘内，然后将测量盘用红外灯烘干或置于红外箱中烘干30min。制成源的厚度大于有效厚度的样品源。

#### 7.1.6 空白试样的制备

将硫酸钙粉末（6.3）在马弗炉内于 $(350 \pm 10)$ ℃下烘干，于干燥器内恒重后，称取与样品相同厚度的硫酸钙粉末置于测量盘内按（7.1.5）铺平，烘干。将空白试样在低本底 $\alpha$ 测量仪或低本底 $\alpha$ 和 $\beta$ 测量仪（5.1）上测量总 $\alpha$ 计数率。总 $\alpha$ 计数率应保持在空白测量盘总 $\alpha$ 计数率的3倍标准偏差范围内，否则应更换硫酸钙粉末或采用硫酸钙粉末的总 $\alpha$ 计数率代替本底计数率。

#### 7.1.7 标准硫酸钙粉末源的制备

准确称取在马弗炉内于 $(350 \pm 10)$ ℃下烘干恒重后的硫酸钙粉末（6.3）2.0g，再加入一定量（ $M_s$ ）的活度为 $A_s^{241} Am$ 标准粉末（6.2）（大约5Bq~10Bq），在红外箱内或红外灯下烘干30min，取出置于干燥器内冷却后称重，得到标准硫酸钙粉末源的总重量（ $m_s$ ），按照公式（1）进行计算标准硫酸钙粉末源的放射性比活度 $\alpha_s$ （Bq/g）。若直接购置固体粉末标准物质，也可直接称取固体粉末标准物质于

测量盘中铺平烘干。

$$\alpha_s = \frac{A_s \cdot M_s}{m_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $\alpha_s$ ——标准硫酸钙粉末源的放射性比活度，Bq/g；

$A_s$ ——加入的<sup>241</sup>Am标准物质的比活度，Bq/g；

$m_s$ ——标准硫酸钙粉末源的总重量，g；

$M_s$ ——<sup>241</sup>Am标准粉末质量，g。

## 7.2 分析测量

### 7.2.1 空白测量盘的测定

取一个测量盘，洗涤后用无水乙醇浸泡过夜，烘干后置于低本底 $\alpha$ 测量仪或低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪(5.1)上测量盘的总 $\alpha$ 计数率，重复测量10次以上，确定测量盘本底的稳定性，取平均值，以计数率 $n_0(\text{min}^{-1})$ 表示。

### 7.2.2 饱和厚度（最小铺盘量）的确定

实际测量：在样品测量盘（直径为 $\Phi 22\text{mm}$ ）内，分别加入80mg、100mg、120mg、140mg、160mg、180mg、200mg的<sup>241</sup>Am硫酸钙标准粉末源(7.1.7)，均匀平铺在测量盘底部，烘干后，置于低本底 $\alpha$ 测量仪或低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪(5.1)上测量每个样品的总 $\alpha$ 计数率。以总 $\alpha$ 计数率为纵坐标，铺样量为横坐标，绘制铺样量与总 $\alpha$ 计数率的关系曲线。当铺样量达到一定值以后，随着铺样的增加，总 $\alpha$ 计数率不变，该曲线拐点处对应的质量厚度称为饱和层厚度。

理论估算：对一定直径大小的测量盘来说，最小铺盘量可以通过测量盘的面积来估算，即最小铺盘量=0.1 Amg，其中，A为测量盘的面积，单位为 $\text{mm}^2$ 。

### 7.2.3 空白试样的测定

将空白试样(7.1.6)在低本底 $\alpha$ 测量仪或低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪(5.1)上测量总 $\alpha$ 计数率。

### 7.2.4 标准硫酸钙粉末源测量

将标准硫酸钙粉末源(7.1.7)在低本底 $\alpha$ 测量仪或低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪(5.1)上测量总 $\alpha$ 计数率，

以计数率  $n_s$  ( $\text{min}^{-1}$ ) 表示, 并记录计数开始时间、结束时间。

### 7.2.5 样品源的测定

样品源 (7.1.5) 烘干后应立即在低本底  $\alpha$  测量仪或低本底  $\alpha/\beta$  测量仪 (5.1) 上测量总  $\alpha$  计数率  $n$  ( $\text{min}^{-1}$ ), 并记录计数测量开始时间、终止时间。

测量时间的长短取决于样品和本底的计数率及所要求的精度。计算方法见附录 A.1。

放射性射线计数率对同一源强测试结果存在波动, 建议每个样品连续测量 5 次以上, 取算术平均值。

## 8 结果计算

固体样品的总  $\alpha$  活度浓度计算按照公式 (2) 进行。

$$C = \frac{(n - n_0) \times 1000 \times a_s}{(n_s - n_0)} \dots \dots \dots (2)$$

式中:  $C$ ——固体样品总  $\alpha$  放射性活度浓度,  $\text{Bq/kg}$ ;

$n$ ——样品源计数率,  $\text{min}^{-1}$ ;

$n_s$ ——标准源计数率,  $\text{min}^{-1}$ ;

$n_0$ ——空白测量盘计数率,  $\text{min}^{-1}$ ;

$a_s$ ——标准粉末源的比活度,  $\text{Bq/g}$ 。

## 9 精密度

### 9.1 精密度

6 家实验室对含总  $\alpha$  放射性活度浓度为  $7.03\text{Bq/g}$  和  $3.12\text{Bq/g}$  的统一样品进行了测定:

实验室内相对标准偏差分别为:  $2.2\% \sim 3.4\%$ 、 $2.6\% \sim 5.0\%$ ;

实验室间相对标准偏差分别为:  $1.4\%$ 、 $4.4\%$ ;

重复性限为:  $57.6\text{Bq/Kg}$ 、 $338.6\text{Bq/Kg}$ ;

再现性限为:  $62.6\text{Bq/Kg}$ 、 $505.5\text{Bq/Kg}$ 。

### 9.2 准确度

6 家实验室对样品进行了测定:

加标回收率分别为：96.3%~107.3%、94.5%~108.5%；

加标回收率最终值：(100.1±7.45)%、(101.5±9.27)%。

10 方法检出限与不确定度

10.1 方法检出限计算见公式(3)：

$$LLD = \frac{4.65 \times \sqrt{\frac{n_0}{t}} \times 1000 \times a_s}{n_s - n_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：LLD——测量方法检出限，Bq/kg；

$n_s$ ——标准粉末源计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$n_0$ ——空白测量盘计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$a_s$ ——标准粉末源的比活度，Bq/g；

$t$ ——测量时间，min。

10.2 不确定度

10.2.1 铺样的分散性

铺 10 个样品，所测得的计数率如下：

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
计数率 $x_i$	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
平均值 $\bar{x}$	—									

平均值  $\bar{x}$  的标准偏差为  $u_{r1} = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)n}}$ ， $i$  从 1 至 10。

计算其相对标准差  $u_1 = u_{r1} / \bar{x}$ 。

10.2.2 仪器测量样品时的不确定度

测量仪器探测效率的不确定度分成两个部分，其中：

样品计数的不确定度由下式计算：

$$u_{r21} = \frac{\sqrt{\frac{n_s}{t_s} + \frac{n_0}{t_0}}}{n_s - n_0} \dots\dots\dots (4)$$

标准源 α 计数测量可由下式计算：

$$u_{r22} = \frac{\sqrt{\frac{n_s}{t_s} + \frac{n_0}{t_0}}}{n_s - n_0} \dots\dots\dots (5)$$

测量仪器探测效率的不确定度由下式计算：

$$u_2 = \sqrt{u_{r21}^2 + u_{r22}^2} \dots\dots\dots (6)$$

10.2.3 标准物质比活度的扩展不确定度由证书直接给出，计算其标准不确定度为

$$u_3 = U / k \dots\dots\dots (7)$$

式中：U——标准物质证书给出的扩展不确定度；  
k——包含因子。

10.2.4 样品称量产生的不确定度

天平的扩展不确定度 U 由证书给出，测量样品的质量为  $m_0$ ，k——包含因子。则：

$$u_4 = \frac{U}{km_2} \dots\dots\dots (8)$$

10.2.5 计算合成标准不确定度

$$U = \sqrt{\sum u_i^2} ; i \text{ 从 1 至 4。} \dots\dots\dots (9)$$

10.2.6 计算扩展不确定度

$$U = k \bullet U ; k \text{ 取 2} \dots\dots\dots (10)$$

11 质量保证和质量控制

### 11.1 仪器有效性

仪器使用时，保证在有效检定周期内并处于受控状态。

### 11.2 仪器本底泊松分布检验

仪器每年至少进行一次本底计数泊松分布检验，如果本底很低，可用一定活度的标准源代替。

选择一个工作日或一个工作单元（如完成一个或一组样品测量所需的时间）为检验的时间区间，在该时间区间内，测量 10~20 次相同时间间隔的本底计数，按照公式（11）进行计算统计量  $\chi^2$  值：

$$\chi^2 = (n-1)S^2 / N \dots\dots\dots (11)$$

式中： $\chi^2$ ——统计量值；

$n$ ——所测本底的次数；

$S$ ——按高斯分布计算的本底计数的标准偏差；

$N$ —— $n$  次本底计数的平均值，也是按泊松分布计算的本底计数的方差。

### 11.3 仪器本底、效率质量控制

使用质量控制图检验仪器的稳定性，以保证日常工作的一致性。在仪器工作电压以及其他可调参数均固定不变的情况下，定期以固定的测量时间测量仪器的本底和参考源的计数效率，绘制本底和效率质控图。参考源推荐使用硫酸钙粉末源（7.2.7）或  $^{241}\text{Am}$ 、 $^{239}\text{Pu}$  电镀源，电镀源活性区直径不小于  $\Phi 22\text{mm}$ ，表面粒子发射率不少于  $(10^2 \sim 10^3)$  粒子数 /  $(\text{min} \cdot 2\pi)$ 。本底测量频次：建议 1 次/月以上，测量时间取 60~240min，每次测量 3 次以上；效率测量频次：建议 1 次/两月，测量时间取 5~10min，每次测量 3 次以上。当积累 10 个以上数据后，以计数率为纵坐标，日期（或测量次序）为横坐标，绘制质量控制图，在平均值  $\bar{n}$  的上下各标出控制线  $(\bar{n} \pm 3\sigma)$  和警告线  $(\bar{n} \pm 2\sigma)$ 。若定期测量的本底计数率或效率在警告线内，则表示仪器性能正常；若本底计数率或效率超过控制线或两次连续同侧超过警告线，则表示仪器可能不正常，应及时寻找故障原因；若测量结果长期（连续 7 次）偏于平均值一侧，说明仪器性能发生系统偏差，须查找原因并绘制新的质量控制图。

### 11.4 平行双样的测定

每批次固体样品，随机抽取 10~20% 的样品进行平行双样测定，样品数量少于 10 个时，应至少测

定 1 个平行样。

平行双样测定结果的相对偏差 $\leq 30\%$ ，也可按照公式（12）进行判断。

$$|y_1 - y_2| \leq \sqrt{2}U(y) \dots\dots\dots (12)$$

式中：  $y_1$ 、  $y_2$  ——两次测量值， Bq/kg；

$U(y)$  ——测量的不确定度， Bq/kg。

## 12 废物处理

实验中产生的低放废渣应按照《放射性废物分类》（GB9133-1995）和《电离辐射防护与辐射源安全基本标准》（GB18871-2002）等技术文件进行废物处理。

## 13 注意事项

13.1 某些固体样品可能活度偏高，超出仪器适宜检测范围；有的可能自吸收很高，不能得到真实的测定结果。因此，采用本方法时，测量灵敏度会降低。灵敏度相关数据见附录 A. 2。

13.2 当样品中含有 350℃易挥发的  $\alpha$  放射性核素时，采用本标准时，测量值的误差会很大，该误差大小与易挥发性放射性核素的挥发损失量有关。

附录 A

(规范性附录)

正确使用本标准的说明

A.1 测量时间

按下式决定测量试样的时间

$$t_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c \cdot N_b}}{N^2 E^2} \dots\dots\dots (A1)$$

式中：t<sub>c</sub>——测量样品源的时间，min；

N<sub>c</sub>——样品源和本底的总计数率，cpm；

N<sub>b</sub>——本底的计数率，cpm；

N——样品源的净计数率，cpm；

E——预定的相对标准偏差。



A.2 灵敏度

灵敏度是指被测实物每增减一个单位时其测量读数的变化。即仪器指示值/待测真值，一般情况是计数率/放射性活度浓度。本标准应为计数率/放射性活度浓度，其单位为：s<sup>-1</sup>/(Bq/kg)。

对不同的放射性核素，仪器对各类放射性核素的探测效率在附表 A1 中给出。

附表 A1 各类放射性核素的探测效率

放射性核素	α 粒子能量 MeV	探测效率			
		正比计数器	半导体探测器	ZnS 闪烁屏	综合估计值
<sup>241</sup> Am	5.4~5.5	0.060	0.069	0.074	0.07
<sup>239</sup> Pu	5.1~5.15	0.053	0.048	0.063	0.06
U 天然	4.2~4.75	0.034	0.032	0.053	0.04
<sup>232</sup> Th	3.953~4.01	0.050	—	—	—

A.3 判断下限

判断下限是仪器读出的最小有意义值，小于它的读数大多由仪器本底引起。

本方法的判断下限  $L_c$  (Bq/kg)，按照公式 (A2) 进行计算。

$$L_c = k_\alpha \frac{a_s}{(n_s - n_0)} \times \sqrt{\frac{n_0}{t_x} \left(1 + \frac{t_x}{t_0}\right)} \dots\dots\dots (A2)$$

$k_\alpha$  是概率为  $\alpha$  时的标准正态变量的分位数， $\alpha$  是允许误判的小概率，通常取  $k_\alpha=1.645$ ，其他量同前。

A.4 测量探测下限

测量探测下限  $L_D$  (Bq/kg) 又称最小可测放射性活度浓度，是指样品的活度浓度为探测下限的数值时，用指定的仪器和指定的方法，其读数小于判断下限的概率为  $\beta$ ，即漏测得概率为  $\beta$ 。探测下限  $L_D$  (Bq/kg) 按照公式 (A3) 进行计算。

$$L_D = k \times \frac{\alpha_s}{(n_s - n_0)} \times \sqrt{\frac{n_0}{t_x} \left(1 + \frac{t_x}{t_0}\right)} \dots\dots\dots (A3)$$

式中系数  $k = k_\alpha + k_\beta$ ，当取  $\alpha = \beta = 0.05$  时， $k_\alpha = k_\beta = 1.645$ ， $k = 3.3$ ，其他量同前。

当净计数比本底计数小得多，而使样品总计数标准偏差等于本底计数标准偏差时，探测下限  $L_D$ ，按照公式 (A4) 进行计算。

$$L_D = \sqrt{2}k \times \frac{\alpha_s}{(n_s - n_0)} \times \sqrt{\frac{n_0}{t_0}} \dots\dots\dots (A4)$$

探测下限取决于很多因素，如样品源的尺寸、测量时间、本底和计数效率。

A.5 下限典型值

探测下限取决于很多因素，如样品源的尺寸，测量时间，本底和计数效率。表 A2 给出了探测下限的一些典型值。取  $\alpha = \beta = 0.05$ ，即  $k=3.3$  时，仪器探测下限列于表 A2。

表 A2 探测下限典型值

测量时间 (s)	探测器灵敏区直径	探测器类型	本底计数率 (cpm)	探测效率%	探测下限 (Bq/kg)
60000s	Φ45mm	正比计数器	0.08	2.42	269.31
			0.07	2.85	252.16
			0.06	2.02	234.16
			0.07	2.42	252.42
			0.07	2.29	279.42
			0.08	2.18	298.11
			0.07	2.35	279.14
			0.06	2.48	259.21

