

备案号:1064—1998

MI

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 744—1997

煤矿水中总 α 和总 β 放射性测定方法

Determination of the gross α and gross β
radioactivity of the groundwater in coal mines

1997-12-12 发布

1998-07-01 实施

前 言

本标准是在 GB 5750—85 有关总 α 放射性、总 β 放射性两项测定方法的基础上,根据我国煤矿地下水的特性而制定的。

本标准由煤炭工业部科技教育司提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院杭州环境保护研究所起草。

本标准起草人:陈维维、姚立新、卜貽孙。

本标准由煤炭科学研究总院杭州环境保护研究所负责解释。

煤矿水中总 α 和总 β 放射性测定方法

MT/T 744—1997

Determination of the gross α and gross β
radioactivity of the groundwater in coal mines

1 范围

本标准规定了煤矿水中总 α 和总 β 放射性的比较测量法。

本标准适用于煤矿矿井水、深井水总 α 、总 β 放射性的测定。

2 方法提要

本标准采用蒸干法制备样品源,以八氧化三铀、氯化钾分别作为总 α 、总 β 测定的标准源,用低本底 α 、 β 测量仪测定样品的总 α 和总 β 放射性浓度。

3 定义

本标准采用下列定义。

煤矿水中总 α 放射性指煤矿矿井水、深井水中除氡以外的所有 α 辐射体,包括天然和人工核素的总 α 放射性浓度。

煤矿水中总 β 放射性指煤矿矿井水、深井水中(不包括在本标准条件下属挥发性核素,如氡)的天然和人工核素的总 β 放射性浓度。

4 试剂

4.1 盐酸: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。用水将 240 mL($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)盐酸(GB/T 622)稀释至 500 mL。

4.2 盐酸: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$,用水将 20 mL($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)盐酸(GB/T 622)稀释至 500 mL。

4.3 碳酸氢钠溶液:将 40 g 碳酸氢钠(GB/T 640)用水稀释至 1 000 mL。

4.4 硫酸镁溶液:将 40 g 七水硫酸镁(GB/T 671)用水稀释至 1 000 mL。

4.5 氯化钙溶液:将 30 g 无水氯化钙用水稀释至 1 000 mL。

4.6 氯化钾:优级纯(GB/T 646)。

4.7 铀标准溶液:取八氧化三铀(U_3O_8)置于 500℃ 的马弗炉中灼烧 20 min,冷却后准确称取 0.479 g,用盐酸溶液(4.1)(50~100) mL 将其转入 500 mL 烧杯中,加热溶解,冷却,将溶液转入 1 000 mL 容量瓶中,用水洗烧杯三次,洗涤液并入容量瓶中,用水定容,摇匀。此铀标准溶液的浓度为 10 Bq/mL。

5 仪器设备

5.1 低本底 α 、 β 测量仪:单位面积的平均 α 本底计数率(24 hr) $^{-1} \text{ cm}^{-2} \leq 7$ 。

5.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.3 马弗炉。

5.4 电热恒温干燥箱。

- 5.5 电炉。
- 5.6 红外线干燥灯。
- 5.7 烧杯:2 000 mL;1 000 mL;500 mL。
- 5.8 干燥器。
- 5.9 压样器。
- 5.10 滤膜:孔径 0.45 μm 。
- 5.11 瓷蒸发皿:50 mL。
- 5.12 移液管:10 mL,1 mL。
- 5.13 研钵。

6 测定步骤

6.1 样品处理

- 6.1.1 水样采集后每升水样应及时添加盐酸(4.1)约 2 mL,使 $\text{pH}<2$ 。
- 6.1.2 如矿井水中有悬浮物质,先用滤膜(5.10)过滤,再用少量盐酸(4.2)洗涤滤膜 2~3 次。
- 6.1.3 取 1 000 mL 水样或经过滤后的水样倒入 2 000 mL(5.7)烧杯中缓慢蒸发浓缩到约 30 mL 左右。
- 6.1.4 将烧杯中少量浓缩液转入已恒重的瓷蒸发皿(5.11)中,以点滴盐酸(4.2)润湿烧杯壁,用带橡皮头的玻璃棒擦洗烧杯壁三次,洗涤液转入瓷蒸发皿中,继续蒸发至近干。
- 6.1.5 将瓷蒸发皿置于电热恒温干燥箱(5.4)内,在 103 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 范围内烘 1 h,放入干燥器(5.8)中冷却至室温,准确称量浓缩成的固体物质总质量(M_s)。
- 6.1.6 用铈铬匙将固体残渣从蒸发皿中刮出,转移到研钵(5.13)中,研细、混匀。

6.2 标准源制备

6.2.1 α 标准源制备

在 2 000 mL 烧杯中加水约 900 mL,再准确加入碳酸氢钠(4.3)、硫酸镁(4.4)、氯化钙(4.5)溶液各 10.0 mL 及 1.00 mL 铀标准溶液(4.7),混匀。以下步骤按(6.1)制成固体粉末标准源,并称量总固体质量(M_s)。

6.2.2 β 标准源制备

取一定量氯化钾(4.6)放入玻璃研钵中,研细,装入称量瓶中,在干燥箱内 120 $^{\circ}\text{C}$ 烘 30 min,在干燥器中冷却备用。此氯化钾的比活度为 $1.47\times 10^{-3}\text{Bq/mg}$ 。

6.3 放射性测量

6.3.1 α 、 β 测量源制备

分别取一定量研细、混匀后的 α 标准源粉末(6.2.1)和待测样品固体粉末(6.1.5)均匀铺在两个事先已称量的样品盘内,厚度应大于有效厚度¹⁾,用压样器(5.9)压匀样品后,再准确称量样品盘内待测样品质量(W_s)。对于 18 mm 直径样品盘,取样量以 100 mg 左右为宜。样品盘经红外灯干燥后在干燥器中冷却待测。

6.3.2 β 工作曲线

在预先已称量的样品盘内,分别称取氯化钾标准源(6.2.2)50,75,100,125,150 mg,铺匀压实,分别测定 β 计数率 N_{β} 和仪器本底计数率($N_{\beta 0}$),以净 β 计数率($N_{\beta} - N_{\beta 0}$)为纵坐标,氯化钾质量(m_s)为横坐标,绘制工作曲线。每次测定计数时间不少于 20 min。

1) 有效厚度测量:取 α 标准源粉末,制成厚度不等的测量源,在低本底 α 、 β 测量仪上用 α 道测定这一系列源的总 α 计数,同时测定仪器的本底计数。以测得的总 α 净计数率对测量源厚度(mg/cm^2)作图,延长自吸收曲线的斜线线段和水平线段,其相交点对应厚度即为有效厚度。

6.3.3 总 α 、总 β 放射性测定

将样品盘放入低本底 α 、 β 测量仪中,按相同的几何条件,测定 α 标准源(6.3.1)和待测样品的总 α 计数率 N_{α} 和 $N_{\alpha 0}$,以及待测样品的总 β 计数率 N_{β} 。同时测定仪器的 α 和 β 本底计数率 $N_{\alpha 0}$ 和 $N_{\beta 0}$ 。计数测定时间以600~1 000 min为宜。

6.4 结果表述

6.4.1 总 α 结果计算

$$C_{\alpha} = \frac{C_{\alpha} \cdot V_{\alpha} \cdot M_X (N_{\alpha} - N_{\alpha 0})}{V \cdot M_s (N_{\alpha} - N_{\alpha 0})} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中: C_{α} ——待测水样的总 α 放射性浓度, Bq/L;
 C_{α} ——铀标准溶液的总 α 放射性浓度, Bq/mL;
 V_{α} ——铀标准液的体积, mL;
 M_s ——浓缩含铀标准液的水样后制得的固体物质总质量, mg;
 M_X ——浓缩待测水样后制得的固体物质总质量, mg;
 V ——待测水样体积, L;
 N_{α} ——待测样品的总 α 计数率, cpm;
 $N_{\alpha 0}$ ——标准源的总 α 计数率, cpm;
 $N_{\alpha 0}$ ——测量装置的 α 本底计数率, cpm。

6.4.2 总 β 结果计算

$$C_{\beta} = \frac{1.47 \times 10^{-2} \cdot M_X (N_{\beta} - N_{\beta 0})}{V \cdot (N_{\beta} - N_{\beta 0})} \dots\dots\dots (2)$$

- 式中: C_{β} ——待测水样的总 β 放射性浓度, Bq/L;
 M_X ——待测水样蒸发后制得的固体物质总质量, mg;
 V ——待测水样体积, L;
 N_{β} ——待测水样的 β 计数率, cpm;
 $N_{\beta 0}$ ——测量装置的 β 本底计数率, cpm;
 $(N_{\beta} - N_{\beta 0})$ ——样品盘中称得固体物质质量(M_0) 在 β 工作曲线中查得相同质量 KCl 标准源所对应的标准源净计数率, cpm;

1.47×10^{-2} ——KCl 比活度, Bq/mg。

6.4.3 数字修约和报出

测定结果以单次测定值报出,保留二位有效数字。