

浅谈使用低本底测量装置对水中总a、总B的测定

文◎ 张杨 韩飞(沧州市供排水集团 河北沧州)

摘要: 本文使用BH1216低本底a、B弱放射性测量装置,测定了水中总a、总B放射性,探讨了影响测量结果的几个实验条件。如标准源的选择、取水量、测量时间以及残渣放置时间等,并对不同水样进行了结果分析。最后是作者在工作中的一点经验,愿与各位同仁共同探讨。

关键词: 总a; 总B; 放射性; 水

随着核科学的发展及其在动力发展,工业运行和医学使用方面的应用,自然环境中放射尾同位素逐渐增多,要求制定技术方法,评价放射性造成的环境污染,对危险情况要有充分警戒,以便进行适当的预防。因此,饮用水中放射性的准确定量对水质质量的影响也显得非常重要。我们从2001年开始对出厂水和原水中总a、总B放射性进行定期监测,并对某些测定进行了实验分析。

一、仪器和试剂

- 1、BH1216低本底a、B弱放射性测量装置(北京核仪器厂)
- 2、高温炉,0—500℃可调,能在350±10℃下控温加热。
- 3、远红外样品制备箱。
- 4、分析天平,感量0.1mg
- 5、电炉1000瓦,可调温。
- 6、瓷蒸发皿,125ml。
- 7、聚乙烯扁桶,10L,带密封盖。
- 8、241Am
- 9、氯化钾(国家标准物质中心)
- 10、丙酮
- 11、硝酸(1+1)
- 12、浓硫酸

二、实验部分

1、样品处理

取1升水样(地面水经过滤后取样)倒入不锈钢制样盆中,放入远红外制样炉中,缓慢加热(90—95℃)蒸发浓缩,在蒸发过程中可以添加水样,但须控制水样体积不得超过容器容积的三分之二。水样烘干至50ml时,将该浓缩水样,转入已恒重的瓷蒸发皿中,在通风厨里用电炉慢慢加热蒸干,将该固体残渣与蒸发皿一同放入箱式电阻炉,350℃灰化一小时后,取出放入干燥器中冷却至室温。

2、样品源的制备

准确称量固体残渣质量后,用研钵将固体残渣研细,准确称取测量灰样0.1590g放到测量盘中。用数滴丙酮溶液把残渣粉末和成泥,然后用药匙柄铺均匀,再放入远红外制样炉中烘干。之后放入干燥器中待测。

3、测量

将样品盘放在预先用a、B标准源刻度过并测定了本底a、B弱放射性测量装置中进行测量。

三、结果及讨论

1、标准源的选择

水中所含有的a、B放射性核素很多,我们所测量的是含有a、或B各种核素放射性的总和。而测量中所使用的单一核素放射性标准源,不可能完全模拟样品残渣中通常是多数放射性核素的构成,因此标准源的选择

尤为为重要。

水样中总B放射性测量时,由于水中B放射性来源于⁴⁰K。⁴⁰K的B粒子的平均能量是0.562mev与⁹⁰Si i—⁹⁰Y平衡体的平均能量相近,因此一般选用⁴⁰K作为测定水中总B放射性的标准源,试验选用国家标准物质中心的优级纯氯化钾。

水样中总a放射性测量时,可用含天然铀或²⁴¹Am的标准物质作为标准源,本方法选用中国科学院的²⁴¹Am作为测量水中总a放射性的标准源。

2、取水样量

按厚源法要求,铺在样皿盘的水样残渣粉末为0.1Amg(A为样品盘面积),所以要求水样蒸干后,残渣总量应大于0.1Amg。本方法用的样品盘面积A=3.14×22.5²=1589.6mg。即水样蒸干后残渣总量应大于0.1×1589.6=159.0mg。

沧州地区1L地表水残渣在0.4g以上,地表水残渣在0.5g以上,因此取水量至少是1L。条件允许的情况下(时间、水样量等)应尽量多蒸一些水样,能够减少称量带来的误差,我们实验选用1L水样。

3、水样加酸固定

若水立即分析不可加酸,直接取样蒸发浓缩处理测定,若不能马上分析,需每升水样加入20ml的硝酸溶液(1+1),使PH<2,减少放射性物质被器壁吸收造成的损失。

4、硫酸盐化

某些水样蒸干和燃烧后,可能产生不合作放射性测量的残渣,因为吸水潮解或难于粉碎或能以铺样。对这种样品作硫酸盐化使1.8g碳酸钙硫酸盐化,具体操作如下:

1L水样浓缩蒸发至约50ml时,取出冷却到室温,加入1ml浓硫酸,继续蒸发至近干,然后将水样置于恒重的瓷蒸发皿中,继续在通风厨内用电炉缓慢蒸发至干。

大量实验表明,沧州地区约有98%的水样可省略硫酸盐化这一步骤。

5、样品源制备的优化:

我们试验用样品盘半径为22.5mm,所以残渣质量为:0.1A=0.1×3.14×22.5²=159.0mg。

因为源厚严重影响a、B粒子的计数效率,所以制作出均匀平整的测量源至关重要,根据粉末源的实际特点,我们直接用丙酮溶液将残渣和成泥(稍希),用曲别针的弯曲处慢慢将样品铺平。(由于曲别针与样品的接触面积小,从而减少了残渣在铺样过程中的损失。)然后放在红外制样炉中烤干。试验发现,此操作样品易匀且样品的粘牢性适宜。

制好的样品源要放在干燥器中保存,且该干燥器必须专用。否则样品易吸湿,易被污染,稀释后将增大源的自吸收,导致技术率显著降低。

6、测量时间

测量时间的长短取决于样品和本底的计数率,以及所要求的精度。

对于本台测量装置,a放射性活度测量时,本底计数率R0=0.00063S⁻¹。样品净计数

率R在0.002 S⁻¹左右,样品加本底测量计数率R1在0.00063+0.002=0.00263 S⁻¹左右。设定技术统计涨落误差U¹=±15%,测量时间t,本底测量时间t₀

$$\text{根据 } U^1 = \frac{1 R_0 R_1}{R_0 t} \text{ 得出 } t = \frac{2R_0 + R}{(U^1 \cdot R)^2}$$

所以总a放射性活度的测量时间应该不少

$$T = \frac{2 \times 0.00063 + 0.002}{(0.15 \times 0.002)^2} = 36222S = 10.06h$$

对于B放射性活度测量时,R₀=0.01919 S⁻¹,R¹在0.03 S⁻¹左右,计数涨落统计误差也定为±15%,此时测定时间应不小于

$$T = \frac{2 \times 0.01919 + 0.03}{(0.03 \times 0.15)^2} = 3377S = 0.94h$$

因为本法可同时测定a、B,所以我们应按按照测定a的时间,将测量时间定为10h。

7、水样分析

我们对沧州市生活饮用水地表水中总a、总B放射性定期检测,表1是部分检测结果。由表1可以看出放射性指标均低于GB5749-2006国家生活饮用水卫生标准中的规定(总a<0.5Bq/L,总B<1.0 Bq/L)。

表1 我市出厂水及源水管网水的部分检测结果

水样编号	1	2	3	4	5
总a放射性(Bq/L)	0.05	0.08	0.11	0.07	0.08
总B放射性(Bq/L)	0.15	0.14	0.15	0.13	0.20

四、工作体会

1、水样浓缩过程中,我们用远红外样品制备箱制样,控制温度在90—95℃,制样效率高,同时避免了因温度过高而报废造成的水样损失,直接在电炉上浓缩要好。

2、条件允许的情况下,尽量多蒸一些水样,能够减少称量带来的误差。

3、制备样品源时,尽可能用无污染小巧的器皿进行粉末源的铺设,尽量减少铺样器皿带走粉末样,增加样品损失误差。实验发现,曲别针弯曲段铺样效果好,样品残渣损失小。

4、用氯化钾作B标准源,由于氯化钾本身具有吸潮性,将给制样和测量带来困难,我们采用烘干、测量,再烘干、测量的方法,避免了样品中的湿度对测量结果造成的误差。

5、开机后最初半小时为预热时间,不进行测量工作,若室内湿度较大,则预热时间相对延长。

参考文献:

- 1、国际标准ISO—9696(1992-12-15第一版)
- 2、国际标准ISO—9697(1992-12-15第一版)
- 3、生活饮用水标准检验法GB/T5750.13—2006