

# 团 体 标 准

T/ACEF ×××—20××

## 气溶胶中钋-210 的分析方法

Determination of polonium-210 in aerosol

(征求意见稿)

20××-×-×发布

20××-×-×实施

中华环保联合会 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 方法原理 .....	1
5 试剂和材料 .....	1
6 仪器和设备 .....	2
7 样品采集 .....	2
8 仪器的刻度 .....	3
9 分析步骤 .....	3
10 空白试验 .....	4
11 结果计算与表示 .....	4
12 质量控制 .....	5
13 不确定度评定 .....	5
参考文献 .....	7

## 前 言

本文件按照 GB/T1.1-2020《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。

本文件由中国医学科学院放射医学研究所提出。

本文件由中华环保联合会归口。

本文件起草单位：中国医学科学院放射医学研究所、天津师范大学、卡迪诺科技(北京)有限公司、上海仁机仪器仪表有限公司、天津恒瑞医药有限公司、天津市生态环境监测中心、中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所、天津市疾病预防控制中心等。



# 气溶胶中钋-210 的分析方法

## 1 范围

本文件规定了测定气溶胶中钋-210 的分析方法。

本标准适用于气溶胶中钋-210 的测定。

## 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。

HJ 61	辐射环境监测技术规范
HJ 813	水中钋-210 的分析方法
HJ 1009	辐射环境空气自动监测站运行技术规范
HJ 1149	环境空气 气溶胶中 $\gamma$ 放射性核素的测定 滤膜压片 $\gamma$ 能谱法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**气溶胶 aerosol**（引用于 HJ 1149）

液体或固体微粒分散在空气中形成的相对稳定的悬浮体系。

## 4 方法原理

气溶胶样品中加入已知量的  $^{209}\text{Po}$  示踪剂，利用盐酸浸取的方式提取样品中的  $^{210}\text{Po}$ ，然后在盐酸体系中，使  $^{210}\text{Po}$  和  $^{209}\text{Po}$  自沉积到镍片或利用碲还原钋微沉积到滤膜上。将样品源在 $\alpha$ 能谱仪测量，根据  $^{209}\text{Po}$  和  $^{210}\text{Po}$  的计数，计算出气溶胶样品中  $^{210}\text{Po}$  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化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

5.1 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ）。

5.2 浓盐酸（ $\text{HCl}$ ）：质量浓度 36.0%~38.0%(m/m)。

T/ACEF ×××—20××

- 5.3 盐酸 (HCl) : 2 mol/L。
- 5.4 氨水 (NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O) : 质量浓度 25%~28%(m/m)。
- 5.5 盐酸羟胺 (NH<sub>2</sub>HClOH) 溶液: 质量浓度 20% (m/m)。
- 5.6 二水柠檬酸三钠 (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>7</sub>·2H<sub>2</sub>O) 溶液: 质量浓度 25% (m/m)。
- 5.7 无水乙醇 (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) : 含量不少于 99.5%(m/m)。
- 5.8 209Po 标准溶液: 0.1~0.3, 2 mol/L 盐酸体系。
- 5.9 碲酸 (H<sub>6</sub>TeO<sub>6</sub>)
- 5.10 异丙醇
- 5.11 三氯化钛溶液
- 5.12 0.1 μm 孔径滤膜
- 5.13 滤膜: 0.45 μm 孔径, 醋酸纤维膜或混合纤维膜。
- 5.14 精密 pH 试纸: pH=0.5~5.5 及 pH=5.5~9.0。
- 5.15 镍片: 厚度 0.15~0.2mm, 直径 21mm。使用前须将镍片其中一面用水砂纸抛光, 清水冲洗干净后晾干待用。

## 6 仪器和设备

- 6.1 气溶胶采样器: 性能和技术指标执行 HJ 1009 有关采样设备的规定。
- 6.2 α能谱仪, 本底小于 1cph。
- 6.3 分析天平, 感量 0.1 mg。
- 6.4 恒温水浴锅: 控温范围 RT~100°C, 控温精度±1°C。
- 6.5 恒温磁力加热搅拌器: 转速 200~1500 转/分钟, 控温范围 0~100°C。
- 6.6 12 孔真空箱。
- 6.7 可拆卸过滤器: 直径 25 mm。混合电镀α面源: 直径 25 mm, 通常由 <sup>234</sup>U、<sup>238</sup>U、<sup>239</sup>Pu、<sup>241</sup>Am 四种组成。
- 6.8 一般实验室常备仪器和设备。

## 7 样品采集

### 7.1 采样前准备

7.1.1 用酒精棉清洁工作台, 滤膜尺寸应大于工作台尺寸。取一张滤膜, 将受尘面向上平放在工作台上, 滤膜的大小比采样器采样口的有效尺寸略宽, 检查滤膜边缘是否平滑、薄厚是否均匀, 且无毛刺、无污染、无碎屑、无折痕、无破损。

7.1.2 用清洁干布擦去采样头内部、滤膜夹和滤膜支持网表面的灰尘, 检查确认滤膜支撑网无堵塞, 滤膜夹无污染、无损坏。

## 7.2 样品采集

7.2.1 将滤膜受尘面朝向进气方向，平放在滤膜支持网上，同时检查滤膜编号，将滤膜牢固夹紧，确保不漏气。

7.2.2 按照采样器使用说明，设置采样参数（如采样流量、采样时间等），启动采样。记录采样起始时间、采样流量、环境温度和大气压等参数。

7.2.3 采样结束后，记录累积采样时间、采样流量、采样体积、环境温度、大气压、天气状况和空气质量状况等信息。

7.2.4 取滤膜时，如果发现滤膜破裂，或滤膜受尘面上的积尘边缘轮廓模糊、不完整，则该样品作废，应重新采样。从滤膜边缘夹取滤膜，将滤膜受尘面向里沿长边均匀对折，放入与滤膜编号相同的滤膜保存袋中。

## 7.3 样品的前处理

样品从滤膜保存带取出，然后将其放置在不超过 80°C 的烘箱中烘干至恒重。

## 8 仪器的刻度

### 8.1 能量刻度

使用混合电镀 $\alpha$ 面源对 $\alpha$ 能谱仪进行能量刻度，结果保存。

### 8.2 效率刻度

使用混合电镀 $\alpha$ 面源对 $\alpha$ 能谱仪进行效率刻度，取平均值作为仪器效率值。

## 9 分析步骤

### 9.1 自沉积法制备样品源

9.1.1 将待测样品剪成碎片（约 0.3 mm\*0.3 mm 大小），加入已知活度（约 0.2 Bq）的  $^{209}\text{Po}$  标准溶液（5.9），加入 20 mL 浓盐酸（5.2），在 90-100°C 恒温水浴锅（6.5）中加热浸取 1 小时，溶液冷却至室温后，将溶液经过 0.45  $\mu\text{m}$  孔径的滤膜过滤（5.13），收集液。再用上述方法浸取滤渣 1 次，将所有收集的滤液合并到聚四氟乙烯烧杯中。

9.1.2 将上述聚四氟乙烯烧杯放置在恒温磁力加热搅拌器（6.5），边搅拌边缓慢滴加氨水（5.4），调节 pH=0.5~1（用精密 pH 试纸（pH=0.5~5.5）测定）。

9.1.3 往上述溶液（9.1.2）中依次加入抗坏血酸（>0.3 g）、1 mL 20% 盐酸羟胺、1 mL 25% 柠檬酸钠。

9.1.4 在烧杯中放入磁子，进行加热和搅拌加热温度不得超过 90°C，镍片完全置于液面以下，自沉积 3~4 h。

9.1.5 取出镍片，用滴管分别吸取去离子水和无水乙醇（5.7）冲洗沉积后的镍片，自然晾干并在样品背面标记好样品信息，待测。

### 9.2 微沉积法制备样品源

9.2.1 同 9.1.1。

9.2.2 往上述聚四氟乙烯烧杯中加入 100  $\mu\text{g}$  碲酸（5.9）和 5 mL 异丙醇（5.10），摇匀。然后加入 1 mL

三氯化钛溶液（5.11），摇匀，静置 30 分钟。然后过滤，沉淀收集在 0.1 μm 的滤膜上（5.12），再分别用少量的去离子水和无水乙醇（5.7）洗涤容器。

9.2.3 取出滤膜，将滤膜粘贴在直径为 25 mm 的不锈钢片上。自然晾干并在样品背面标记好样品信息，待测。

### 9.3 样品测量

9.3.1 将样品源（9.1.5 或 9.2.3）置于 α 能谱仪（6.1）上测量样品源中  $^{210}\text{Po}$  和  $^{209}\text{Po}$  的计数。根据样品的活度和核素的组成确定样品源与探测器的距离，一半在 2~20 mm 内选择，需要注意的是，样品源和混合电镀 α 面源（6.7）与探测器的高度应保持一致。

9.3.2 α 能谱仪测量的真空度一半控制在 10~1 Pa，真空度不宜过高，以免引起核反冲造成对探测器的影响。

## 10 空白试验

10.1 定期进行空白实验，每当更换试剂时，应进行空白实验；每批样品分析时，应进行空白实验；在正常情况下空白样品的数目不应少于样品分析总数的 5%。其方法如下：

10.2 取相同质量的空白滤膜按 9.1 或 9.2 条规定的程序完成实验，在 α 能谱仪上测量空白样的总计数。

10.3 计算空白试样计数平均值和标准偏差，并检验其与仪器本底计数在 95% 置信水平下是否有显著性差异。

## 11 结果计算与表示

在计算  $^{210}\text{Po}$  峰位对应感兴趣区内净计数时，应先减去本底谱计数。气溶胶中  $^{210}\text{Po}$  活度浓度可以按照下式计算：

$$A_0 = A_1 \cdot \frac{N_0}{N_1 V} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$A_0$  — 气溶胶中  $^{210}\text{Po}$  的活度浓度，Bq/m<sup>3</sup>；

$A_1$  — 加入示踪剂  $^{209}\text{Po}$  的活度，Bq；

$N_0$  —  $^{210}\text{Po}$  峰位对应感兴趣区内净计数；

$N_1$  —  $^{209}\text{Po}$  峰位对应感兴趣区内净计数；

$V$  — 采样体积，m<sup>3</sup>。

其中，气溶胶样品中加入  $^{209}\text{Po}$  活度的计算公式如下：

$$A_1 = a_1 \times m_1 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

$a_1$  —  $^{209}\text{Po}$  标准溶液的活度浓度，Bq/g；

$m_1$  — 加入  $^{209}\text{Po}$  标准溶液的质量，g。

## 12 质量控制

- 12.1 仪器在检定的有效周期内使用。
- 12.2 刻度用标准混合电镀面源每年自检 1 次。
- 12.3  $^{209}\text{Po}$  示踪剂标准溶液每年核查 1 次。
- 12.4 定期进行空白试验，每当更换试剂时必须进行空白试验。

## 13 不确定度评定

根据公式，不确定度分量包括仪器测量的不确定度  $u_1$ ，示踪剂活度不确定  $u_2$ ，样品取样的不确定  $u_3$

### 13.1 仪器测量的不确定度 $u_1$

#### 13.1.1 $^{210}\text{Po}$ 净计数率 $N_0$ 的不确定 $u_{11}$

$$u_{11} = \frac{\sqrt{\frac{n_0 + n_b}{t_0 + t_b}}}{n_0 - n_b} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $t_0$  — 样品源测量时间，s；
- $t_b$  — 本底测量时间，s；
- $n_0$  — 样品源中  $^{210}\text{Po}$  峰位对应的感兴趣区内的总计数率；
- $n_b$  — 样品源中  $^{210}\text{Po}$  峰位对应的感兴趣区内的本底计数率。

#### 13.1.2 $^{209}\text{Po}$ 净计数率 $N_1$ 的不确定 $u_{12}$

$$u_{12} = \frac{\sqrt{\frac{n_1 + n_b}{t_1 + t_b}}}{n_1 - n_b} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $t_1$  — 样品源测量时间，s；
- $t_b$  — 本底测量时间，s；
- $n_1$  — 样品源中  $^{210}\text{Po}$  峰位对应的感兴趣区内的总计数率；
- $n_b$  — 样品源中  $^{210}\text{Po}$  峰位对应的感兴趣区内的本底计数率。

### 13.2 示踪剂 $^{209}\text{Po}$ 放射性活度的不确定度 $u_2$

13.2.1 示踪剂  $^{209}\text{Po}$  放射性活度的不确定度由标准源活度证书给出，其扩展不确定度为  $U_s$ ，扩展系数为  $k$ ，可以按照下式计算  $u_{21}$ ：

$$u_{21} = \frac{U_s}{k} \dots\dots\dots (5)$$

#### 13.2.2 称取 $^{209}\text{Po}$ 标准溶液的不确定度 $u_{22}$

$$u_{22} = u_{rel(m)} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{\sqrt{3} \cdot m_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{\sqrt{3} \cdot m_1}\right)^2} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$m_0$  — 滤膜质量

$m_1$  — 滤膜+ $^{209}\text{Po}$  质量

$\Delta m$  — 天平最大允许误差

示踪剂  $^{209}\text{Po}$  活度不确定  $u_2$  可以按照下式计算:

$$u_2 = \sqrt{u_{21}^2 + u_{22}^2} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$u_{21}$  —  $^{209}\text{Po}$  标准溶液活度浓度的不确定度;

$u_{22}$  — 分析天平称取  $^{209}\text{Po}$  标准溶液的不确定度。

### 13.3 采样体积的相对标准不确定度 $u_3$

采样体积的不确定度由仪器检定校准证书给出, 其扩展不确定度为  $U_V$ , 扩展系数为  $k$ , 可以按照下式计算  $u_3$ :

$$u_3 = \frac{U_V}{k} \dots\dots\dots (8)$$

### 13.4 不确定度计算

由 13.1~13.3 可知, 合成标准不确定度  $u$  可以由下式给出:

$$u = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} \dots\dots\dots (9)$$

扩展不确定度  $U$ , 可由下式给出:

$$U = u \times k, k=2 \dots\dots\dots (10)$$

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 %;

$u$  — 合成标准不确定度。

## 参 考 文 献

- [1] HJ 61-2021 辐射环境监测技术规范。
- [2] HJ 813-2016 水中钋-210 的分析方法。
- [3] HJ 1009 辐射环境空气自动监测站运行技术规范。
- [4] HJ 1149-2020 环境空气 气溶胶中 $\gamma$ 放射性核素的测定 滤膜压片 $\gamma$ 能谱法。

