



中华人民共和国国家标准

GB/T 13071—2010
代替 GB/T 13071—1991

地质水样 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ 放射性活度比值的测定 萃淋树脂萃取色层分离 α 能谱法

Geological waters samples—Determination of radioactive ratios $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ and
 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ —Extraction chromatograph and alpha spectrometry measure

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
地质水样 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$
放射性活度比值的测定
萃淋树脂萃取色层分离 α 能谱法
GB/T 13071—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷



书号: 155066 • 1-41035

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准代替 GB/T 13071—1991《地质水样中 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ 放射性比值的测定方法》。

本标准与 GB/T 13071—1991 相比,主要变化如下:

- 规范了标准的标题;
- 增加了警示、警告内容;
- 增加了废弃物的处理条款;
- 删除了目次;
- 简化了测量仪器;
- 更正了部分错误。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:核工业北京地质研究院。

本标准主要起草人:武朝辉、刘立坤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13071—1991。

地质水样 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ 放射性活度比值的测定 萃淋树脂萃取色层分离 α 能谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 P_{350} 萃淋树脂萃取色层分离 α 能谱法和 CL-TBP 萃淋树脂萃取色层分离 α 能谱法测定 5 L 地质水样中 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ 放射性活度比值的方法。

本标准适用于 5 L 地质水样中 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ 放射性活度比值的测定。对于 5 L 环境水样中 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ 放射性活度比值的测定可参照使用。

测定范围:

铀:大于 1.23×10^{-3} Bq/L;

钍:大于 1.23×10^{-3} Bq/L;

$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$:不大于 15。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改版(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)

GB 9133 放射性废物的分类

GB 14500 放射性废物管理规定

3 P_{350} 萃淋树脂萃取色层分离 α 能谱法

3.1 原理

取水样一定体积,加入硝酸酸化后。加载体三氯化铁与氯化铵,用氨水调 pH 值,使铀、钍富集以氢氧化物形式沉淀。沉淀用浓硝酸溶解,制备成上柱溶液,通过 P_{350} 萃取色层柱后,与其他干扰元素分离,使铀钍纯化。用盐酸洗脱钍,再用氟化钠洗脱铀。用电沉积方法制备钍和铀的 α 源。分别在 α 能谱仪上测量铀、钍同位素的 α 能谱曲线,并求得比值。

3.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用符合国家标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度水。

3.2.1 草酸铵。

3.2.2 氯化铵。

3.2.3 硝酸铝 $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 。

3.2.4 酒石酸。

3.2.5 氨水($\rho 0.91$ g/mL)。

3.2.6 硝酸($\rho 1.42$ g/mL)。

3.2.7 氢氟酸。

- 3.2.8 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
 - 3.2.9 高氯酸(ρ 1.73 g/mL)。警告——易爆品,小心操作!
 - 3.2.10 无水乙醇(ρ 0.78 g/mL)。
 - 3.2.11 200 号溶剂油。
 - 3.2.12 P_{350} (甲基磷酸二甲庚酯)。
 - 3.2.13 Fe^{3+} 盐溶液(20 g/L):15 g 三氯化铁($FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 分析纯)溶于 10 mL 盐酸(3.2.8)中,用水稀释至 100 mL。
 - 3.2.14 盐酸 $c(HCl)$ 3 mol/L。
 - 3.2.15 王水(3+1):盐酸(3.2.8)3 份+硝酸(3.2.6)1 份。
 - 3.2.16 氟化钠溶液(2 g/L):2 g 氟化钠溶于水,稀释到 1 000 mL。
 - 3.2.17 上柱液 15 g 硝酸铝(3.2.3):溶于 15 mL 硝酸(3.2.6)中用水稀释到 100 mL。
 - 3.2.18 洗涤液:2 g 酒石酸(3.2.4)溶于 15 mL 硝酸(3.2.6)中用水稀释到 100 mL。
 - 3.2.19 P_{350} 煤油溶液:取 60 mL P_{350} (3.2.12)用煤油(3.2.11)稀释至 100 mL。
 - 3.2.20 铀电沉积液:称取 2 g 氯化铵(3.2.2)和 5 g 草酸铵(3.2.1),溶解于 100 mL 水中,用盐酸(3.2.14)调 pH 值为 6。
 - 3.2.21 钍电沉积液:称取 2 g 氯化铵(3.2.2)和 5 g 草酸铵(3.2.1),溶解于 100 mL 水中,用盐酸(3.2.8)调 pH 值为 2。
 - 3.2.22 平衡铀标准溶液:取标准平衡原生铀矿,用王水(3.2.15)加热溶解,蒸至近干,加硝酸(3.2.6)用水溶解,并稀释至刻度,摇匀。
 - 3.2.23 平衡钍标准溶液:取硝酸钍(已达放射性平衡),用硝酸(3.2.6)加热溶解,用水稀释至刻度,摇匀。
 - 3.2.24 X-5 树脂:聚二乙烯苯,粒径 175 $\mu m \sim 246 \mu m$ (即 60 目 $\sim$ 80 目)。
 - 3.2.25 色层柱的制备:
 - a) X-5 树脂的处理——将树脂装入一支底部垫有玻璃纤维的大交换柱(视处理量而定体积)内,用无水乙醇(3.2.10)洗涤,以除去残存的制孔剂,一直洗至在承接的几滴流出液中加入一滴水后无浑浊出现为止,抽滤,取出后,放在红外灯下或烘箱内,控制温度在 80 $^{\circ}C$ 左右,烘至无乙醇气味为止,装入磨口瓶内备用;
 - b) 制备色层柱——称取 10 g 干树脂(3.2.24)放入 150 mL 烧杯中,加入 25 mL P_{350} 煤油溶液(3.2.19)充分搅拌,在水浴上蒸至无煤油味后,将拌好的色层粉用上柱液(3.2.17)浸泡 4 h 以上,换用蒸馏水,以半浆糊状装入色层柱(3.3.9)中,柱底垫以玻璃纤维,色层粉上部压以玻璃纤维,色层柱自滴流量为 0.8 mL/min $\sim$ 1.0 mL/min。新装的色层柱用 15 mL 上柱液(3.2.17),15 mL 盐酸(3.2.14),8 mL 氟化钠(3.2.16),20 mL 水淋洗,依次反复淋洗 2 次 $\sim$ 3 次,在使用之前用 15 mL 上柱液(3.2.17)平衡备用。
- 3.3 仪器及装置
 - 3.3.1 多道 α 能谱。
 - 3.3.2 真空泵:真空度小于 13 Pa。
 - 3.3.3 ^{241}Am ,铀或钍 α 标准源。
 - 3.3.4 直流稳定电源。
 - 3.3.5 铂电极。
 - 3.3.6 不锈钢圆片。
 - 3.3.7 电沉积槽:体积 20 cm^3 左右。
 - 3.3.8 恒温水浴箱。
 - 3.3.9 色层柱 $\phi 7 mm \times 70 mm$ 。

3.4 取样

取水样时,要使其尽量清澈,若有浑浊,应先过滤,然后立即加入硝酸(3.2.6)酸化至 pH 值为 1~2。

3.5 分析步骤

3.5.1 水样预处理

量取 5 L 酸化后的水样,倒入 5 L 烧杯中加热煮沸,加三氯化铁溶液(3.2.13)3 mL 及氯化铵(3.2.2)15 g,充分搅拌,然后缓缓地加入氨水(3.2.5),边加边搅拌,调节 pH 值至 8~9,此时有沉淀析出,放置 2 h 以上,用虹吸管吸去上层清液。

3.5.2 铀、钍的分离

将上述沉淀用 20 mL~30 mL 硝酸(3.2.6)溶解于 400 mL 的烧杯中,蒸至 5 mL 左右,加硝酸(3.2.6)5 mL,氢氟酸(3.2.7)1 mL,蒸干冒尽白烟后,用 15 mL 上柱液(3.2.17)溶解盐类,加热煮沸后,使其通过已用上柱液(3.2.17)平衡好的色层柱待流干后,用 20 mL 上柱液(3.2.17)洗烧杯 2 次~3 次,用 20 mL 洗涤液(3.2.18)洗色层柱 2 次~3 次,使其铀钍纯化。然后用 20 mL 盐酸(3.2.14)洗脱钍;用 10 mL 氟化钠(3.2.16)洗脱铀,铀钍溶液分别承接于 50 mL 烧杯中。

3.5.3 电沉积制备 α 源

3.5.3.1 制备铀 α 源

在分离纯化后的溶液中加入硝酸(3.2.6)1 mL,高氯酸(3.2.9)0.5 mL 放在电炉上蒸至白烟冒尽,取下烧杯,稍冷却,加入盐酸(3.2.8)1 mL,低温蒸干,取下烧杯,稍冷却,用 10 mL 铀电沉积液(3.2.20)溶解盐类,倒入电沉积槽(3.3.7)内,将电沉积槽移入水温约为 70 °C 的恒温水浴箱(3.3.8)中,接通电源(3.3.4),将电流调至 1.2 A,此时,电沉积液的 pH 值为 6,当通电 30 min 左右,pH 值由 6 升到 8,再由 8 降到 2,此时加入三滴氨水(3.2.5),再延续 3 min~5 min 后,切断电源,取出阴极片,用水冲洗后凉干,编好号,待测。

3.5.3.2 制备钍 α 源

在分离纯化后的钍溶液中加入硝酸(3.2.6)1 mL,高氯酸(3.2.9)0.5 mL,放在电炉上蒸至白烟冒尽,取下烧杯,稍冷却,加入盐酸(3.2.8)1 mL,低温蒸干,取下烧杯,稍冷却,用 10 mL 钍电沉积液(3.2.21)溶解盐类,倒入电沉积槽(3.3.7)内,将电沉积槽移入水温约为 70 °C 的恒温水浴箱(3.3.8)中,接通电源(3.3.4)将电流调至 1.4 A,此时,电沉积液的 pH 值为 2,当通电 40 min 左右,pH 值由 2 升到 8,再由 8 降到 2,此时,加入三滴氨水(3.2.5)再延续 3 min~5 min 后,切断电源,取出阴极片,用水冲洗后凉干,编好号,待测。

3.5.4 测量

3.5.4.1 工作条件的选择

3.5.4.1.1 测量能量分辨率:将²⁴¹Am 或铀或钍 α 源(3.3.3)放入多道 α 能谱仪探测真空室内,抽真空、测量。按式(1)计算能量分辨率(R 以百分比表示)。

$$R(\%) = \frac{\Delta E}{E} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

E ——能量最大或然值;

ΔE ——最大分布值之一半相应的能量宽度。

能量分辨率应小于 2%。

3.5.4.1.2 确定探测器的工作电压:改变多道 α 能谱偏压,测出相应的能量分辨率。最佳能量分辨率所对应的偏压为多道 α 能谱的工作电压。

3.5.4.2 刻度仪器

将一个放射性强度约为 1 Bq 的铀,钍 α 源或其他已知能量的 α 源,放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空,记录测量谱图,按表 1 各已知标准源的能量在能谱仪屏幕上出现的位置,即可标定出未知样品

的能量及相应的核素。

表 1 铀、钍同位素的 α 射线能谱

核素	α 粒子能量/ keV	强度/ %
²³⁸ U	4 195	77
	4 147	23
²³⁴ U	4 773	72
	4 722	28
²³² Th	4 012	77
	3 953	23
²³⁰ Th	4 684	76
	4 618	23

3.5.4.3 测量效率

将已知放射性强度的铀 α 源放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空,测量²³⁸U,²³⁴U 的 α 能谱,求出实测计数与标准源理论计数的百分比,即为探测效率(以百分比表示),按式(2)计算。

探测效率(%) = $\frac{\text{实测计数}}{\text{标准源理论计数}} \times 100$ (2)

3.5.4.4 测量全流程本底

按(3.5.1,3.5.2,3.5.3)规定的方法,制备不少于 5 个空白铀、钍 α 源,放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空后,测量全流程本底。测量时间应大于 15 h,取各样品计数的平均值作为全流程本底值。当更换试剂或探测器时,应重新测量全流程本底。

3.5.4.5 测量样品

首先,根据所要求的相对误差 ε 和样品计数率 N,按式(3)计算出测量时间 t。

$t = \frac{1}{N\epsilon^2}$ (3)

然后,将待测样品的铀(或钍)α 源放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空,按所确定的测量时间 t,测量 α 能谱曲线,读取²³⁴U、²³⁸U,²³⁰Th、²³²Th 的峰面积。

3.6 结果计算

将读取的峰面积扣除本底计数后,铀、钍同位素比值按式(4)和式(5)计算。

$RU = ^{234}\text{U}/^{238}\text{U} = x/y(1 \pm \sigma)$ (4)

$RTh = ^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = x/y(1 \pm \sigma)$ (5)

式中:

²³⁴U、²³⁸U,²³⁰Th、²³²Th——该同位素的峰面积;

x——²³⁴U 或²³⁰Th 的峰面积;

y——²³⁸U 或²³²Th 的峰面积;

σ——相对标准偏差。

$\sigma = \sqrt{\left(\frac{\partial x}{x}\right)^2 + \left(\frac{\partial y}{y}\right)^2}$ (6)

式中:

∂x—— $\sqrt{x}$;

∂y—— $\sqrt{y}$ 。

3.7 精密度

本方法精密度的试验按 GB/T 6379 的规定进行。铀、钍的水平数均为 3。各实验室的重复数为 6,

试验结果见表 2。

表 2 精密度

标准方法	实验室数	水平	n	m	r	R
$P_{350}^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$	6	1	36	1.024	0.166	0.166
	6	2	36	1.006	0.105	0.112
	6	3	36	1.005	0.102	0.102
$P_{350}^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$	5	1	30	1.938	0.327	0.399
	5	2	30	9.95	1.188	2.564
	5	3	30	31.52	3.671	7.270
注： n ——测定次数； m —— n 次测定结果的平均值； r ——重复性； R ——再现性。						

4 CL-TBP 萃淋树脂萃取色层分离 α 能谱法

4.1 原理

用氢氧化铁吸附水中铀和钍，用 5 mol/L 硝酸溶解过滤，用 CL-TBP 萃淋树脂分离铀和钍，把铀和钍分别电沉积在不锈钢片上，用多道 α 能谱仪测量。

4.2 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准和分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度水。

4.2.1 草酸铵。

4.2.2 氯化铵。

4.2.3 浓硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.2.4 氨水(ρ 0.91 g/mL)。

4.2.5 高氯酸(ρ 1.73 g/mL)。警告——易爆品，小心操作！

4.2.6 盐酸 $c(\text{HCl})$ 6 mol/L。

4.2.7 盐酸 $c(\text{HCl})$ 2 mol/L。

4.2.8 硝酸 $c(\text{HNO}_3)$ 5 mol/L。

4.2.9 Fe^{3+} 盐溶液(20 g/L)：15 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 分析纯)溶于 10 mL 盐酸(4.2.6)中，用水稀释至 100 mL。

4.2.10 碳酸钠溶液 50 g/L。

4.2.11 氯化铵溶液 1 g/L。

4.2.12 铀电沉积液：称取 2 g 氯化铵(4.2.2)和 5 g 草酸铵(4.2.1)，溶解于 100 mL 水中，用盐酸(4.2.7)调 pH 值为 6。

4.2.13 钍电沉积液：称取 2 g 氯化铵(4.2.2)和 5 g 草酸铵(4.2.1)，溶解于 100 mL 水中，用盐酸(4.2.6)调 pH 值为 2。

4.2.14 CL-TBP 萃淋树脂：粒度 140 μm ~246 μm (60 目~120 目)。

4.2.15 精密 pH 值试纸。

4.2.16 色层柱的制备：称取一定量的 CL-TBP 萃淋树脂，在碳酸钠溶液(4.2.10)中浸泡 1 h，湿法上柱，用蒸馏水洗至中性，用硝酸(4.2.8)平衡后使用。

4.3 仪器及装置

4.3.1 多道 α 能谱。

4.3.2 真空泵:真空度小于 13 Pa。

4.3.3 标准 α 源, ^{241}Am 、铀或钍。

4.3.4 直流稳定电源。

4.3.5 铂电极。

4.3.6 不锈钢圆片。

4.3.7 电沉积槽:体积 20 cm³ 左右。

4.3.8 恒温水浴箱。

4.3.9 色层柱, $\phi 7\text{ mm}\times 70\text{ mm}$ 。

4.4 取样

取水样时,要使其尽量清澈。若有浑浊,应先过滤,然后立即加入硝酸(4.2.3)酸化至 pH 值为 1~2。

4.5 分析步骤

4.5.1 水样预处理

将酸化后的 5 L 水样加三氯化铁溶液(4.2.9)10 mL 和氯化铵(4.2.4)10 g,加热至沸,取下,用氨水(4.4)调 pH 值 9~10,沉淀放置 1 h 以上。用虹吸管吸去上层清液,剩余部分用滤纸过滤,用氯化铵溶液(4.2.11)洗烧杯一次,洗沉淀两次,将上述沉淀用滤纸包好,送室内进一步处理。

4.5.2 铀、钍分离

用硝酸(4.2.8)溶解沉淀,再过滤,弃去残渣,溶液分两次上柱(4.3.9),等试液全部流完后,用 30 mL 硝酸(4.2.8)分四次淋洗杂质,然后用 12 mL 盐酸(4.2.6)洗脱钍,收集在 50 mL 小烧杯中,再用 12 mL 水洗脱铀于另一 50 mL 的烧杯中。

4.5.3 电沉积制备铀、钍 α 源

4.5.3.1 制备铀 α 源

在分离纯化后的溶液中加入硝酸(4.2.3)1 mL,高氯酸(4.2.5)0.5 mL 放在电炉上蒸至白烟冒尽,取下烧杯,稍冷却,加入盐酸(4.2.6)1 mL,低温蒸干,取下烧杯,稍冷却,用 10 mL 铀电沉积液(4.2.12)溶解盐类,倒入电沉积槽(4.3.7)内,将电沉积槽移入水温约为 70 °C 的恒温水浴箱(4.3.8)中,接通电源(4.3.4),将电流调至 1.2 A,此时,电沉积液的 pH 值为 6,当通电 30 min 左右,pH 值由 6 升到 8,再由 8 降到 2,此时加入三滴氨水(4.2.4),再延续 3 min~5 min 后,切断电源,取出阴极片,用水冲洗后凉干,编好号,待测。

4.5.3.2 制备钍 α 源

在分离纯化后的钍溶液中加入硝酸(4.2.3)1 mL,高氯酸(4.2.5)0.5 mL,放在电炉上蒸至白烟冒尽,取下烧杯,稍冷却,加入盐酸(4.2.6)1 mL,低温蒸干,取下烧杯,稍冷却,用 10 mL 钍电沉积液溶解盐类,倒入电沉积槽(4.3.7)内,将电沉积槽移入水温约为 70 °C 的恒温水浴箱(4.3.8)中,接通电源(4.3.4)将电流调至 1.4 A,此时,电沉积液的 pH 值为 2,当通电 40 min 左右,pH 值由 2 升到 8,再由 8 降到 2,此时,加入三滴氨水(4.2.4)再延续 3 min~5 min 后,切断电源,取出阴极片,用水冲洗后凉干,编好号,待测。

4.5.4 测量

4.5.4.1 工作条件的选择

4.5.4.1.1 测量能量分辨率:将 ^{241}Am 或铀,t 钍 α 源(4.3.3)放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空、测量。按式(7)计算能量分辨率(R 以百分比表示)。

$$R(\%) = \frac{\Delta E}{E} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

E ——能量最大或然值;

ΔE ——最大分布值之一半相应的能量宽度。

能量分辨率应小于 2%。

4.5.4.1.2 确定探测器的工作电压:改变多道 α 能谱偏压电源的电压,测出相应的能量分辨率。最佳能量分辨率所对应的偏压为多道 α 能谱的工作电压。

4.5.4.2 刻度仪器

将一个放射性强度约为 1 Bq 的铀、钍 α 源或其他已知能量的 α 源。放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空,测量 α 能谱,按表 3 各已知标准源的能量在能谱仪屏幕上出现的位置,即可标定出未知样品的能量及相应的核素。

表 3 铀、钍同位素的 α 射线能谱

核 素	α 粒子能量/ keV	强度/ %
^{238}U	4 195	77
	4 147	23
^{234}U	4 773	72
	4 722	28
^{232}Th	4 012	77
	3 953	23
^{230}Th	4 684	76
	4 618	23

4.5.4.3 测量效率

将已知放射性强度的铀 α 源放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空,测量 ^{238}U 、 ^{234}U 的 α 能谱,求出实测计数与标准源理论计数的百分比,即为探测效率(以百分比表示),按式(8)计算。

$$\text{探测效率}(\%) = \frac{\text{实测计数}}{\text{标准源理论计数}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

4.5.4.4 测量全流程本底

按(4.5.1, 4.5.2, 4.5.3)规定的方法,制备不少于 5 个空白铀、钍 α 源,放在多道 α 能谱探测真空室内,抽真空后,测量全流程本底。测量时间应大于 15 h,取各样品计数的平均值作为全流程本底值。当更换试剂或探测器时,应重新测量全流程本底。

4.5.4.5 测量样品

首先,根据所要求的相对误差 ϵ 和样品计数率 N ,按式(9)计算出测量时间 t 。

$$t = \frac{1}{N\epsilon^2} \quad \dots\dots\dots (9)$$

然后,将待测样品的铀(或钍) α 源放在 α 探测真空室内,抽真空,按所确定的测量时间 t ,测量 α 能谱曲线,读取 ^{234}U 、 ^{238}U 、 ^{230}Th 、 ^{232}Th 的峰面积。

4.6 结果计算

将读取的峰面积扣除本底计数后,铀、钍同位素比值按式(10)和式(11)计算。

$$RU = ^{234}\text{U}/^{238}\text{U} = x/y(1 \pm \sigma) \quad \dots\dots\dots (10)$$

$$RTh = ^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = x/y(1 \pm \sigma) \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

^{234}U 、 ^{238}U 、 ^{230}Th 、 ^{232}Th ——该同位素的峰面积;

x —— ^{234}U 或 ^{230}Th 的峰面积;

y —— ^{238}U 或 ^{232}Th 的峰面积;

σ ——相对标准偏差。

$$\sigma = \sqrt{\left(\frac{\delta x}{x}\right)^2 + \left(\frac{\delta y}{y}\right)^2}$$

.....(12)

式中：
 δx —— $\sqrt{x}$ ；
 δy —— $\sqrt{y}$ 。

4.7 精密度

本方法精密度的试验按 GB/T 6379 的规定进行，铀、钍的水平数均为 3。各实验室的重复数为 6，试验结果见表 4。

表 4 精密度

标准方法	实验室数	水平	<i>n</i>	<i>m</i>	<i>r</i>	<i>R</i>
TBP ²³⁴ U/ ²³⁸ U	6	1	36	1. 031	0. 174	0. 234
	6	2	36	1. 023	0. 138	0. 177
	6	3	36	1. 009	0. 132	0. 144
TBP ²³⁰ Th/ ²³² Th	5	1	36	1. 921	0. 393	0. 419
	5	2	36	9. 790	2. 270	2. 327
	5	3	30	31. 649	2. 218	7. 395
注： <i>n</i> ——测定次数； <i>m</i> —— <i>n</i> 次测定结果的平均值； <i>r</i> ——重复性； <i>R</i> ——再现性。						

5 废弃物的处理



严格依据 GB 9133 和 GB 14500 对实验过程的样品和残液、渣进行处理。

