ICS 73.080
D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.76—2021
代替 DZ/T 0064.76-1993

地下水质分析方法 第76部分：总α和总β放射性的测定 放射化学法

Methods for analysis of groundwater quality
—Part 76：Determination of Total alpha and Total beta radioactivity
—Radiochemical method

2021－02－22 发布　　2021－07－01 实施

中华人民共和国自然资源部　发布

前　言

DZ/T 0064《地下水质分析方法》分为85个部分：

——第1部分：一般要求

——第2部分：水样的采集和保存

——第3部分：温度的测定 温度计（测温仪）法

——第4部分：色度的测定 铂-钴标准比色法

——第5部分：pH值的测定 玻璃电极法

——第6部分：电导率的测定 电极法

——第7部分：Eh值的测定 电位法

——第8部分：悬浮物的测定 重量法

——第9部分：溶解性固体总量的测定 重量法

——第10部分：砷量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

——第11部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——第12部分：钙和镁量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第13部分：钙量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第14部分：镁量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第15部分：总硬度的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第17部分：总铬和六价铬量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

——第18部分：总铬和六价铬量的测定 催化极谱法

——第20部分：铜、铅、锌、镉、镍和钴量的测定 螯合树脂交换富集-火焰原子吸收分光光度法

——第21部分：铜、铅、锌、镉、镍、铬、钼和银量的测定 无火焰原子吸收分光光度法

——第22部分：铜、铅、锌、镉、锰、铬、镍、钴、钒、锡、铍和钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

——第23部分：铁量的测定 二氮杂菲分光光度法

——第24部分：铁量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第25部分：铁量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第26部分：汞量的测定 冷原子吸收分光光度法

——第27部分：钾和钠量的测定 火焰发射光谱法

——第28部分：钾、钠、锂和铵量的测定 离子色谱法

——第29部分：锂量的测定 火焰发射光谱法

——第30部分：锂量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第31部分：锰量的测定 过硫酸铵分光光度法

——第32部分：锰量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第33部分：钼量的测定 催化极谱法

——第36部分：铷和铯量的测定 火焰发射光谱法

——第37部分：硒量的测定 催化极谱法

——第38部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——第39部分：锶量的测定 火焰发射光谱法

——第42部分：钙、镁、钾、钠、铝、铁、锶、钡和锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

——第43部分：酸度的测定 滴定法

——第44部分：硼量的测定 H酸-甲亚胺分光光度法

——第45部分：硼量的测定 甘露醇碱滴定法

——第46部分：溴化物的测定 溴酚红分光光度法
——第47部分：游离二氧化碳的测定 滴定法
——第48部分：侵蚀性二氧化碳的测定 滴定法
——第49部分：碳酸根、重碳酸根和氢氧根的测定 滴定法
——第50部分：氯化物的测定 银量滴定法
——第51部分：氯化物、氟化物、溴化物、硝酸盐和硫酸盐的测定 离子色谱法
——第52部分：氰化物的测定 吡啶-吡唑啉酮分光光度法
——第53部分：氟化物的测定 茜素络合物分光光度法
——第54部分：氟化物的测定 离子选择性电极法
——第55部分：碘化物的测定 催化还原分光光度法
——第56部分：碘化物的测定 淀粉分光光度法
——第57部分：氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法
——第58部分：硝酸盐的测定 二磺酸酚分光光度法
——第59部分：硝酸盐的测定 紫外分光光度法
——第60部分：亚硝酸盐的测定 分光光度法
——第61部分：磷酸盐的测定 磷铋钼蓝分光光度法
——第62部分：硅酸的测定 硅钼黄分光光度法
——第63部分：硅酸的测定 硅钼蓝分光光度法
——第64部分：硫酸盐的测定 乙二胺四乙酸二钠-钡滴定法
——第65部分：硫酸盐的测定 比浊法
——第66部分：硫化物的测定 碘量法
——第67部分：硫化物的测定 对氨基二甲基苯胺分光光度法
——第68部分：耗氧量的测定 酸性高锰酸钾滴定法
——第69部分：耗氧量的测定 碱性高锰酸钾滴定法
——第70部分：耗氧量的测定 重铬酸钾滴定法
——第71部分：α-六六六、β-六六六、γ-六六六、δ-六六六、六氯苯、p, p′-滴滴伊、p, p′-滴滴滴、o,p′-滴滴涕和p,p′-滴滴涕的测定 气相色谱法
——第72部分：敌敌畏、甲拌磷、乐果、甲基对硫磷、马拉硫磷、毒死蜱和对硫磷的测定 气相色谱法
——第73部分：挥发性酚的测定 4-氨基安替吡啉分光光度法
——第74部分：氡气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢的测定 气相色谱法
——第75部分：镭和氡放射性的测定 射气法
——第76部分：总α和总β放射性的测定 放射化学法
——第77部分：^{18}O的测定 CO_2-H_2O平衡-气体同位素质谱法
——第78部分：氘的测定 金属锌还原—气体同位素质谱法
——第79部分：氚的测定 放射化学法
——第80部分：锂、铷、铯等40个元素量的测定 电感耦合等离子体质谱法
——第81部分：汞量的测定 原子荧光光谱法
——第82部分：钠量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第83部分：铜、锌、镉、镍和钴量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第84部分：锶量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第85部分：挥发性酚的测定 流动注射在线蒸馏法
——第86部分：氰化物的测定 流动注射在线蒸馏法
——第87部分：^{13}C的测定 在线磷酸酸解-气体同位素质谱法
——第88部分：^{14}C的测定 合成苯-液体闪烁计数法
——第89部分：氘的测定 在线高温热转换-气体同位素质谱法
——第90部分：^{18}O的测定 在线CO_2-H_2O平衡-气体同位素质谱法

——第91部分：二氯甲烷、氯乙烯、1,1-二氯乙烷等24种挥发性卤代烃类化合物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

本部分为 DZ/T 0064 的第 76 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2015 和给出的规则起草。

本部分代替 DZ/T 0064.76—1993《地下水质检验方法 放射化学法测定总 α 和总 β》。

本部分与 DZ/T 0064.76—1993 相比，主要变化如下：

——标准名称改为“地下水质分析方法 第 76 部分：总 α 和总 β 放射性的测定 放射化学法”；

——增加了警示内容；

——增加了探测限；

——增加了规范性引用文件；

——修订了试验数据处理的公式；

——增加了精密度和准确度；

——增加了质量保证和控制内容。

本部分由中华人民共和国自然资源部提出。

本部分由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：中国地质科学院水文地质环境地质研究所。

本部分主要起草人：贾娜、李淑珍、李薇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——DZ/T 0064.76—1993。

地下水质分析方法
第76部分：总α和总β放射性的测定
放射化学法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

DZ/T 0064的本部分规定了放射化学法测定地下水中总α和总β放射性活度的方法。

DZ/T 0064的本部分适用于地下水资源调查、评价、监测和利用等水样中总α和总β放射性活度的测定。

本方法的探测限取决于水样所含无机盐量、计数测量系统的计数效率、本底计数率、计数时间等多种因素。在典型条件下，本方法中总α和总β的探测限分别为1.6×10^{-2} Bq/L和2.8×10^{-2} Bq/L。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

地下水中总α和总β放射性活度较低，一般是将水浓缩蒸干使放射性核素沉积到少量固体残渣上，再进行放射性测量。当α/β粒子进入闪烁体后，产生闪光，进入光电倍增管产生α/β信号。本方法采用蒸干比较法测量，根据所取水样的体积、浓缩后固体物质的重量以及样品源和标准源的α、β的净计数率，即可算出水中的α、β放射性活度。

4 试剂或材料

警示——硫酸具有强氧化性和腐蚀性！配制时应在通风橱进行，将硫酸缓慢加入水中。

除非另有说明，在分析中均使用符合国家标准的分析纯化学试剂。

4.1 纯水，符合GB/T 6682规定的二级水。

4.2 硫酸（ρ_{20}=1.84 g/mL）。

4.3 无水乙醇。

4.4　盐酸溶液（1+6）：将盐酸（ρ_{20}=1.19 g/mL）100mL 缓慢加入 600 mL 纯水中。

4.5　α 标准物质：镅（^{241}Am），比活度 1.01×10^{-2} Bq/mg。

4.6　β 标准物质：氯化钾（KCl，优级纯），比活度 1.47×10^{-2} Bq/mg。

5　仪器设备

5.1　低本底 α、β 测量仪，配有直径与探测器灵敏区直径及仪器内置托架相配合的样品盘。

5.2　分析天平：感量 0.1 mg。

5.3　电热板：1 000 W，可调温。

5.4　红外线干燥灯。

5.5　瓷坩埚：50 mL。

5.6　玛瑙研钵。

6　试验步骤

6.1　样品处理

6.1.1　样品蒸干

取 1 L 水样，置于 2 000 mL 烧杯中，在可调温电热板上缓慢加热蒸发浓缩。将烧杯中浓缩液转移到已 450 ℃恒重过的瓷坩埚中，用少量盐酸溶液（4.4）洗涤烧杯，将洗涤液并入瓷坩埚中。

注：若水样残渣不够制源时，可以添加水样，但要控制每次加入水样后体积不超过烧杯容积的一半。

6.1.2　硫酸盐化

将瓷坩埚中的浓缩液冷却至室温，加入硫酸（4.2）1 mL,搅拌均匀后置于红外灯下小心蒸干。待硫酸冒烟后，将瓷坩埚转移至电热板上继续加热蒸干，直至烟雾冒尽。

注：所制得的固体残渣量若超过1 g，应相应增加浓硫酸用量。

6.1.3　灰化

将瓷坩埚置于马弗炉中，450 ℃～500 ℃下灼烧1 h，取出放入干燥器中冷却至室温。于分析天平上称量，求出固体残渣总重量。用玛瑙研钵研细残渣，混匀。

6.1.4　α 标准源、β 标准源、样品源的制备

分别取一定量的^{241}Am α标准物质（4.5）、KCl β标准物质（4.6）及灰化后的样品粉末。仔细研磨以上三种粉末使之成为小于100目的粉末状。严格取等量（160 mg～200 mg）的三种粉末，分别铺于清洁的样品盘内，每盘滴入少量的无水乙醇（4.3），用环形针使三个样品盘内的粉末平整均匀，再用红外灯把无水乙醇彻底烘干，放入干燥器内待测。

6.2　样品测定

6.2.1 本底测定

开启仪器，预热30 min后，连续测量其本底计数率。

6.2.2 α 标准源的测定

从干燥器中取出制备好的^{241}Am α标准源（6.1.4），送入仪器内测定该α标准源的平均计数率。

6.2.3 β 标准源的测定

从干燥器中取出制备好的 KCl β 标准源（6.1.4），送入仪器内测定该 β 标准源的平均计数率。

6.2.4 样品测定

从干燥器中取出制备好的样品源（6.1.4），送入仪器测定其总α、总β平均计数率。

7 试验数试验数据处理

7.1 水样中的总 α 放射性活度按公式（1）计算。

$$C_{\alpha}=\frac{C_s m_s m_x (n_x-n_0)}{Vm(n_s-n_0)}\times 10^{-3} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

C_{α}——水样中总α放射性活度，单位为贝克每升（Bq/L）；

C_s——标准源^{241}Am的比活度，单位为贝克每克（Bq/g）；

m_s——标准源^{241}Am的质量，单位为毫克（mg）；

n_s——标准源α计数率，单位为计数每秒（计数s^{-1}）；

n_x——样品源α计数率，单位为计数每秒（计数s^{-1}）；

n_0——测量装置本底α计数率，单位为计数每秒（计数s^{-1}）；

V——待测水样体积，单位为升（L）；

m_x——待测水样蒸干，灼烧后所得的残渣总量，单位为毫克（mg）；

m——制作样品源时所用残渣质量，单位为毫克（mg）。

7.2 水样中的总 β 放射性活度按公式（2）计算。

$$C_{\beta}=\frac{C_s m_s m_x (n_x-n_0)}{Vm(n_s-n_0)}\times 10^{-3} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

C_{β}——水样中总β放射性活度，单位为贝克每升（Bq/L）；

C_s——标准源KCl的比活度，单位为贝克每克（Bq/g）；

m_s——标准源KCl的质量，单位为毫克（mg）；

n_s——标准源β计数率，单位为计数每秒（计数s^{-1}）；

n_x——样品源β计数率，单位为计数每秒（计数s^{-1}）；

n_0——测量装置本底β计数率，单位为计数每秒（计数s^{-1}）；

V——待测水样体积，单位为升（L）；

m_x——待测水样蒸干，灼烧后所得的残渣总量，单位为毫克（mg）；

m——制作样品源时所用残渣质量，单位为毫克（mg）。

8 精密度和准确度

同一实验室批内12次测定总α放射性活度为2.75 Bq/L和0.12 Bq/L的水样，相对标准偏差分别为13.48%、15.49%；测定总β放射性活度为5.78 Bq/L和0.14 Bq/L的水样，相对标准偏差分别为3.23%、5.25%。

9 质量保证和控制

9.1 每批样品（一般 20 个样品为一批）至少做一个空白样品分析，空白值应低于方法探测限。

9.2 每批样品至少做一个标准源分析，分析结果的相对偏差应小于 20%。