

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2716—2010

进出口建筑材料天然放射性核素检测方法

Determination of natural radionuclides in building materials
for import and export

2010-11-01 发布

2011-05-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国新疆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陆地、曲志勇、邵建强、耿金培、任义广、高建民、雒书鸿、张珠福、万永亮。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口建筑材料天然放射性核素检测方法

1 范围

本标准规定了进出口建筑材料中天然放射性核素镭-226、钍-232、钾-40 比活度的检测方法。

本标准适用于无机非金属材料,如天然石材、砂、石灰、石膏、粘土、水泥、水泥制品、砖、瓦、混凝土、建筑陶瓷、含天然原料的涂料、含天然原料的墙体材料、用于建筑的工业废渣、含工业废渣的建筑材料等。

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 6566—2001 建筑材料放射性核素限量

JJG 417—2006 γ 谱仪

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

建筑材料 **building materials**

土木工程和建筑工程中使用的材料。本标准所涉及的建筑材料仅限无机非金属类建筑材料。

3.2

天然放射性核素 **natural radionuclides**

天然存在的放射性核素。通常时间范围内认为其活度是恒定不变的。

3.3

放射性比活度 **specific activity**

样品中某种核素的放射性活度与该样品质量的比值。用于衡量样品单位质量放射性水平。

3.4

本底 **background**

非起因于待测物理量的测量事件。本标准中所指本底指除样品外其他来源的放射性和宇宙射线引起的 γ 射线全能峰谱数据。

3.5

无源效率刻度 **sourceless efficiency calibration**

用 γ 谱仪测量放射性核素比活度时,不使用放射性标准物质,采用计算机仿真模拟计算的方法对探测器的绝对探测效率进行刻度的方法。

3.6

半高宽(FWHM) **full width at half maximum**

在仅有单峰构成的分布曲线上,峰值一半处两点的横坐标之间的距离。通常使用该参数衡量探测器分辨入射粒子能量的能力。

4 制样

4.1 样品预处理

将干燥的样品破碎至 0.5 cm 粒径以下,如样品量较多应采用四分法使剩余样品约为样品盒装样量的三倍。将缩分后的样品进行研磨,使之可以通过 80 目筛。研磨后的样品应当在 105 ℃ 温度下充分烘干。

4.2 样品封装

装样时,应将样品压实,压平上表面,使样品成规则的圆柱体。如采用相对比较法效率刻度,样品盒应与标准物质容器完全相同,样品高度应与标准物质高度相同,密度和基质成分尽可能与其接近;如采用无源效率刻度,可根据实际情况进行不同体积、不同形状的装样。装样后,应当对样品盒进行可靠的密封。

密封后的样品应存放 20 天以上,待样品中天然放射性核素的母体与各代子体之间达到放射性平衡后再进行测量。未达到放射性平衡即进行测量,应对得到的测量数据进行合理的校正。

5 仪器

5.1 高纯锗(HPGe)γ 谱仪

5.1.1 高纯锗(HPGe)探测器

对⁶⁰Co 点源 1 332 keV γ 射线能量分辨率优于 2.5 keV(峰半高宽),相对效率 30%以上。

5.1.2 多道脉冲幅度分析器

应选用 4 096 道以上的多道脉冲幅度分析器。

5.1.3 屏蔽室

应选用至少 100 mm 铅当量屏蔽室,铅屏蔽室内壁应有消除韧致辐射的措施。屏蔽室应使谱仪在测量能区内的积分本底小于 2.5 计数/秒。

5.2 仪器工作条件

仪器工作条件应满足 JJG 417—2006 中 7.2.1.1 的要求。

5.3 仪器性能要求

5.3.1 能量分辨率

对钴-60 点源的 1 332 keV γ 射线全能峰,其半高宽(FWHM)应小于 2.5 keV。

5.3.2 峰康比

根据公式(1)计算峰康比:

$$\eta = \frac{N_p}{N_c}$$

.....(1)

式中：

η ——峰康比；

N_p ——1 332 keV 峰最高点所在道的计数；

N_c ——1 040 keV 至 1 096 keV 能区内每道的平均计数。

谱仪的峰康比应大于 40。

5.3.3 仪器稳定性

仪器稳定性应满足 JJG 417—2006 中 5.2.2 的要求。

6 测量

6.1 能量刻度

使用铯-152 或其他多 γ 射线核素或者混合源进行能量刻度。能谱刻度时,选取的全能峰应达到足够的计数(大于 10 000)。

6.2 效率刻度

6.2.1 相对比较法效率刻度

使用相对比较法效率刻度时,标准物质应具备以下条件：

- 标准物质应与检测样品使用相同几何形状、材质的样品盒,并永久密封；
- 标准物质应与检测样品的基质密度、化学组成尽可能接近,稳定性好,不易潮解、结晶、霉变、沉淀；
- 镭-226、钍-232、钾-40 核素在标准物质内分布的均匀性小于 $\pm 2\%$,其比活度值应可溯源,并给出不确定度和置信度。

6.2.2 无源效率刻度

使用无源效率刻度方法应当符合以下要求：

- 探测器在使用前应当经过效率响应表征,表征数据应可溯源；
- 使用无源效率刻度方法的谱仪应依照规定定期进行检定,检定合格方可使用；
- 对样品及样品盒几何量、样品与探测器的空间关系量、样品密度、样品容器密度的测量相对偏差应控制在 $\pm 5\%$ 以内。确定样品基质和样品盒中主要元素百分比含量的相对偏差应控制在 $\pm 10\%$ 以内。

6.3 能谱获取

6.3.1 样品能谱获取

谱仪应处于稳定状态,工作条件应符合 5.1.2 要求,获取时间推荐设置为 12 h,如观察到计数率较高,可减少获取时间。

能谱获取完成后存盘。

6.3.2 本底获取

定期进行本底测量。本底能谱获取时间推荐设置为 48 h,其他条件与样品能谱获取时相同。

6.4 结果计算

6.4.1 可作为目标分析峰的特征峰见表 1。

表 1 各核素可供选择的特征峰

核 素	特征能量峰/keV	发射几率/%
镭-226	295.21	19.2
	351.92	37.2
	609.32	46.3
	1 120.28	15.1
	1 764.52	15.8
钍-232	238.63	44.6
	338.40	11.4
	583.19	30.8
	911.07	27.7
	968.90	16.6
	2 614.53	36.0
	1 460.75	10.7
钾-40		

6.4.2 使用相对比较法效率刻度方式进行计算时,应在相同的谱仪电子学参数和工作环境下对放射性标准物质进行能谱获取。依据公式(2)计算样品中天然放射性核素 N 的比活度:

$$a_{样N} = \frac{\left(\frac{N_{样E}}{t_{样}} - \frac{N_{本E}}{t_{本}}\right)}{\left(\frac{N_{标E}}{t_{标}} - \frac{N_{本E}}{t_{本}}\right)} \times \frac{A_{标N}}{m_{样}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $a_{样N}$ ——样品中天然放射性核素 N 的比活度;
- $N_{样E}$ ——样品能谱中被选定用于分析核素 N 的特征峰 E 的峰总计数(峰面积);
- $t_{样}$ ——样品的计数活时间;
- $N_{标E}$ ——放射性标准物质能谱中同一特征峰 E 的峰总计数(峰面积);
- $t_{标}$ ——放射性标准物质的计数活时间;
- $N_{本E}$ ——本底能谱中同一特征峰 E 的峰总计数(峰面积);
- $t_{本}$ ——本底的计数活时间;
- $A_{标N}$ ——放射性标准物质中放射性核素 N 的活度;
- $m_{样}$ ——样品的净质量。

如果样品质量与标准物质质量相差过大(5%以上),应进行样品自吸收校正。

6.4.3 使用无源效率刻度方式进行计算时,应按照 6.2.2 c) 中的要求输入参数。依据公式(3)计算特征峰能量为 E 的核素比活度。

$$a_{样N} = \frac{\left(\frac{N_{样E}}{t_{样}} - \frac{N_{本E}}{t_{本}}\right)}{\epsilon_E P_E m_{样}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- ϵ_E ——被选定用于分析放射性核素 N 的特征峰 E 的探测效率。
- P_E ——被选定用于分析放射性核素 N 的特征峰 E 对应的 γ 射线的发射几率。

其余字母代表的意义与公式(2)相同。

6.4.4 可选取镭-226 或钍-232 子体特征能量峰中的多个进行比活度计算,然后求加权平均值。应当注意,钍-232 子体铀-228 对钾-40 的 1 460. 75 keV 峰产生干扰,镭-226 子体铅-214 对钍-232 的 238. 63 keV峰产生干扰。当干扰严重时,应进行修正。

6.4.5 测量不确定度的评定可按附录 A 进行。

7 检测限计算

可使用公式(4)由能量为 E 的 γ 射线全能峰计算得出检测限。

$$LLD_E = \frac{2.83K}{\epsilon_E P_E m_{\text{样}}} \sqrt{\frac{N_{\text{本}E}}{t_{\text{本}}^2}}$$

.....(4)

式中:

LLD_E ——由能量为 E 的 γ 射线全能峰计算出的检测限;

K ——与预先选定的对样品中是否存在超过本底的放射性做出错误判断的概率 α 相对应的值
(K 与 α 的对应关系见表 2)

其余字母代表的意义与公式(2)、公式(3)同。

表 2 常用 α 相对应的 K 值

α	0.01	0.02	0.025	0.05	0.10	0.20	0.50
K	2.327	2.054	1.960	1.645	1.282	0.842	0

8 分类判定

样品的分类判定可依据 GB 6566—2001 执行。

附 录 A
(规范性附录)
测量不确定度评定

A.1 测量结果的总不确定度由以统计方法得到的 A 类不确定度分量和以非统计方法得到的 B 类不确定度合成得到。该方法的主要不确定度分量见表 A.1。

表 A.1 使用高纯锗(HPGe)γ 谱仪测量低比活度样品时主要不确定度分量 u_i 的典型值

不确定度分量 u_i	典型值/%($k=1$)	量 值 来 源
峰面积统计涨落	1.0~5.0	谱分析软件给出
γ 谱仪系统稳定性	0.1~1.0	由谱仪检定证书给出或多次重复测量数据估算
γ 射线发射几率	0.1~2.0	查阅核数据库
放射性标准物质活度	1.0~3.0	放射性标准物质证书给出
无源效率刻度不确定度	2.0~6.0	无源效率刻度软件给出
本底扣除	0.5~1.0	谱分析软件给出
称重	0.3	由称重器具检定证书给出或多次重复测量数据估算

A.2 根据不确定度传递公式(A.1)进行总不确定度评定。

$$u = \sqrt{\sum_i^n u_i^2}$$

.....(A.1)

式中：
 u ——总不确定度；
 u_i ——不确定度分量；
 n ——不确定度分量的个数。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口建筑材料天然放射性核素检测方法
SN/T 2716—2010

*

中国标准出版社出版
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

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字

2011年3月第一版 2011年3月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-21712 定价 16.00 元



SN/T 2716-2010