



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3813—2014

天然石材放射性核素快速分析方法

Rapid determination of radionuclides for natural stone

2014-01-13 发布

2014-08-01 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：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人：林振基、蔡继杰、马嫄、邱南曦、孙德华、姚向荣、黄卫东。

天然石材放射性核素快速分析方法

1 范围

本标准规定了天然石材中放射性核素镭 226、钍 232、钾 40 比活度的快速检测方法。

本标准适用于天然石材中放射性核素镭 226、钍 232、钾 40 比活度的测定。

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 建筑材料放射性核素限量

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

天然石材 natural stone

经选择和加工的特殊尺寸或形状的天然岩石,按照材质主要分为大理石、花岗石、石灰石、砂岩、板石等,按照用途主要分为天然建筑石材和天然装饰石材等。

注:天然石材在加工期间使用水泥或合成树脂密封石材的天然空隙和裂纹,未改变石材材质内部结构,属于天然石材范畴。

3.2

天然放射性核素 natural radionuclide

天然存在的放射性核素。通常时间范围内认为其活度是不变的。

3.3

放射性活度 radioactivity

在给定时刻,处在特定能态的一定量的某种放射性核素的活度 A 是 dN 除以 dt 而得的商见式(1):

$$A = dN/dt \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

dN ——在该时间间隔 dt 内、该核素从该能态发生自发核跃迁数的期望值。

3.4

比活度 specific activity

单位质量的某种物质的(放射性)活度。

3.5

本底(计数) background(count)

在没有被测辐射源存在的条件下,测量装置的固有计数。这些计数来自宇宙射线、周围环境中的放射性物质和探测器本身的放射性污染等。

4 标准品

体标准源:体标准源与被检测样品使用相同尺寸、相同材质的样品盒。体标准源的基质与被检测样

品的主要物理化学特性尽可能接近,且体标准源的均匀性、稳定性、密封性良好。体标准源的总不确定度应控制在 $\pm 5\%$ 以内。

5 仪器装置—— γ 谱仪

5.1 探测器

5.1.1 碘化钠探测器[NaI(Tl)]:由尺寸不小于 $\varnothing 7.5\text{ cm} \times 7.5\text{ cm}$ 的圆柱型 NaI(Tl)晶体和低噪音光电倍增管组成。探测器对 ^{137}Cs 的 661.6 keV 光峰的分辨率应小于 9%。

5.1.2 半导体探测器:推荐使用高纯锗(HPGe) γ 谱仪,其对 ^{60}Co 点源 1 332.5 keV γ 射线能量分辨率应小于 2.5 keV,相对探测效率不低于 30%。

5.2 屏蔽室

探测器装置应置于等效铅当量不小于 100 mm 的屏蔽室中,屏蔽室内腔宜大于 $40\text{ cm} \times 40\text{ cm} \times 50\text{ cm}$ 。在铅室的内表面应有原子序数递减的多层内屏蔽材料,以进一步减少 50 keV 以下能区的本底。

5.3 高压电源

应有保证探测器稳定工作的高压电源,其纹波电压不大于 $\pm 0.01\%$,对半导体探测器高压应在 0 kV ~5 kV 连续可调,不能有间断点。

5.4 脉冲高度分析器

NaI(Tl)谱仪的道数应不小于 256 道;对于高分辨率半导体 γ 谱,应选用 4 096 道以上的多道脉冲幅度分析器。

6 试验环境

γ 谱仪实验室内应有空调设备,测量时室温以 25 $^{\circ}\text{C}$ 为宜,变化范围不超过 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度小于 75%。实验室附近不得有影响测量的电磁场。

7 γ 谱仪的刻度

7.1 能量刻度

使用 ^{152}Eu 或其它 γ 射线能量分布均匀、覆盖能区范围广、强度接近的多 γ 射线核素或者混合源进行能量刻度。能谱获取时,选取的 γ 射线全能峰应达到足够多的计数(大于 10 000)。能谱获取完成后,利用谱分析软件进行自动寻峰或手动寻峰,然后对能量-道址数据作最小二乘法拟合,得到能量-道址曲线,一般取线性或二次函数即可。

7.2 效率刻度

将谱仪系统调至合适工作状态并待稳定后将刻度源置于与样品测量时几何条件完全相同的位置上获取 γ 谱。

全能峰效率是观察到的指定能量 γ 射线全能峰面积(计数率)与该光子发射几率的比值。

探测器对入射在它上面的 γ 射线的探测效率是 γ 射线能量的函数。求出若干个(i)不同能量单能

γ 射线的全能峰探测效率后可在坐标纸上作出探测效率与 γ 射线能量的关系曲线(效率曲线)或用计算机对实验点作加权最小二乘法曲线拟合求效率曲线。在 50 keV~3 000 keV 范围内用 n 次对数多项式拟合可达到很好的效果。表达式如式(2):

$$\ln \epsilon = \sum_{i=0}^{n-1} a_i (\ln E_\gamma)^i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ϵ ——实验效率值;

E_γ ——相应的 γ 射线能量;

a_i ——拟合常数。

效率刻度的不确定度应小于 $\pm 2\%$ 。

8 测量样品的制备

8.1 样品的破碎与干燥

将从现场取回来的石材样品(不小于 4 kg)用破碎机破碎到粒径小于 10 mm,均匀混合,经缩分取 1 kg 石材样品在 105 $^{\circ}\text{C}$ 条件下烘干至恒重,其余样品存样。

8.2 样品的研磨

将烘干的石材样品放入研磨仪,磨细至粒径不大于 0.16 mm 的粉末。

8.3 样品的称量与封装

将过筛后的样品装入样品盒,压实样品,压平上表面,使样品在盒中成规则的圆柱体。样品盒中的样品重量与体标准源相同,样品盒中尚未装满时,加填直径与样品盒内径相同的有机玻璃盖板,使盖板与样品盒口齐平。盖上样品盒盖,拧紧,然后用气密性胶带将盒盖与盒体的接缝处密封。

8.4 样品的放射性平衡

密封后的样品应放置 7 d 以上再进行测量。

9 测量

9.1 应测量空样品盒本底谱,石材样品的全能峰计数应扣除相应空样品盒本底计数。

9.2 测量刻度源时,其相对于探测器的位置应与测量石材样品时相同。

9.3 测量时间根据被测体标准源或样品的强弱而定,推荐设置为 6 h。

9.4 相对比较法求解样品中放射性核素比活度。用计算机解谱算出标准源和样品谱中各特征峰的全能峰面积,峰面积除以测量时间得到全能峰净计数率,然后按式(3)计算被测样品中的第 j 种核素的比活度 C_j (Bq/kg):

$$C_j = \frac{A_{ji} - A_{jib}}{B_{ji} - B_{jib}} \times \frac{A_{j\text{标}}}{m_{\text{样}}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_{ji} ——被测样品第 j 种核素的第 i 个特征峰的全能峰净计数率,计数/s;

A_{jib} ——与 A_{ji} 相对应的本底计数率,计数/s;

B_{ji} ——标准源第 j 种核素的第 i 个特征峰的全能峰净计数率,计数/s;

$A_{j\text{标}}$ ——标准源中核素 j 的活度,Bq;

SN/T 3813—2014

$m_{\text{样}}$ ——样品的净质量,kg。

10 探测下限的计算

本标准对谱仪系统和测量过程中对某核素的比活度探测下限按照式(4)计算:

$$A_D = \frac{4.66}{\epsilon P m} \sqrt{\frac{n_b}{t}} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- ϵ —— γ 射线全能峰探测效率;
- P —— γ 射线发射几率;
- m ——被分析样品的质量,kg;
- t ——测量时间(本底和样品测量时间相同);
- n_b —— t 时间内测量的选用峰区内的本底计数率。

11 报告

- 11.1 样品检测报告中应以 Bq/kg 报告核素比活度数据,结果精确到 1 Bq/kg。
 - 11.2 样品的分类判定可依据 GB 6566 执行。
 - 11.3 对检测结果进行不确定度评定,采取 95% 的置信度,评定参照 GB 6566。
-