



中华人民共和国国家标准

GB/T 14057—93

放射性污染表面去污 试验与评价去污难易程度的方法

Decontamination of radioactively contaminated surface—
Method for testing and assessing the ease of decontamination

1993-01-04 发布

1993-07-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

放射性污染表面去污 试验与评价去污难易程度的方法

GB/T 14057—93

Decontamination of radioactively contaminated surface—
Method for testing and assessing the ease of decontamination

本标准等效采用国际标准 ISO 8690—1988《放射性污染表面去污——试验与评价去污难易程度的方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了在实验室条件下,试验与评价放射性污染表面去污难易程度的方法。

本标准适用于为了选择材料的目的评价金属、非金属、各种涂层及地板覆盖材料表面放射性污染去污的难易程度。

本标准不适用于在高温、高压下,长期接触污染介质的工艺系统的选材,也不适用于评价现场实际污染表面去污的难易程度。

2 引用标准

- GB 68 开槽沉头螺钉
- GB 69 开槽半沉头螺钉
- GB 70 内六角圆柱头螺钉
- GB 5277 紧固件 螺栓和螺钉通孔

3 术语

3.1 比计数率

在给定几何条件下,1 mL 污染溶液由测量装置测得的,经死时间和本底校正后的计数率。单位:计数/(分·毫升), $[(\text{min} \cdot \text{mL})^{-1}]$ 。

3.2 残留计数率

试样表面去污后,在给定几何条件下,由测量装置对残留放射性核素测得的计数率。单位:计数/分, (min^{-1}) 。

3.3 平均残留计数率

同一种放射性核素污染的 5 块试样测得的各残留计数率的算术平均值。单位:计数/分, (min^{-1}) 。

3.4 标准平均残留计数率

平均残留计数率的校正值。单位:计数/分, (min^{-1}) 。

其校正因子 α 为基准比计数率 $[3 \times 10^6 (\text{min} \cdot \text{mL})^{-1}]$ 与试验用污染溶液的比计数率的比值。

引入校正因子是为了校正不同实验室所用的污染液比计数率之间的差别。

3.5 最终残留计数率

对规定的两种核素(^{60}Co 、 ^{137}Cs)分别测得的标准平均残留计数率的算术平均值。单位:计数/分,

国家技术监督局 1993-01-04 批准

1993-07-01 实施

(min^{-1})。

4 试验原理

按 6.1.1 条分别配制 ^{137}Cs 和 ^{60}Co 污染溶液,各准确取 100 μL ,用大面积辐射探测器测得计数,并分别换算成比计数率。

用上述污染溶液污染材料试样的一定面积,用去离子水去污。测定去污后试样表面的残留计数率。计算出每种核素的标准平均残留计数率,用它们的算术平均值——最终残留计数率按经验整理出的去污难易程度表评价材料去污难易程度。

5 仪器设备

除一般放射化学实验室常用仪器设备外,还应有:

5.1 两个容量为 2 000 mL 的矮型玻璃烧杯。

5.2 辐射探测器及配套电子仪表。

该探测器灵敏面积的直径应不小于 30 mm。实际上,按规定的测量几何要求,在正常情况下需使用更大灵敏面积的探测器。

应选用流气式正比计数器、闪烁探测器或半导体型探测器。

为满足规定的测量几何要求, $(L_{\text{最小}} - 12.5 \text{ mm}) : H$ 不得小于 3。 $L_{\text{最小}}$ 是污染面积中心在探测器截面上的投影点到灵敏面积边缘的最短距离(mm), H 是由探测器表面到污染试样表面的距离(mm)(见图 1)。

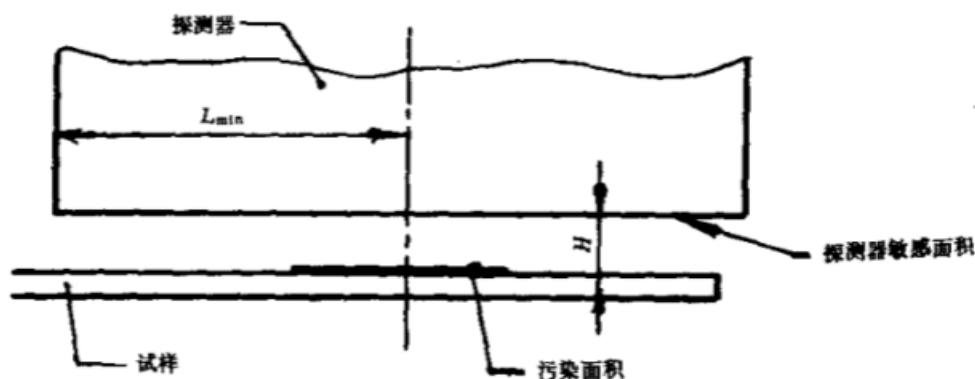


图 1 几何要求(剖面)

如果不能满足 $(L_{\text{最小}} - 12.5 \text{ mm}) : H$ 大于或等于 3 的测量几何条件,应使用灵敏面积直径不小于 30 mm 的探测器,而且:

a. 为了确定比计数率(8.1),应将 100 μL 污染液一点一点地滴遍被污染试样表面上直径为 25 mm 的圆形面积。

b. 在上述几何条件下,100 μL 污染溶液的净脉冲率应不低于 $2 \times 10^5 \text{ min}^{-1}$ 。

5.3 两支端头可卸换的 100 μL 移液管。

5.4 两支端头可卸换的 1 000 μL 移液管。

5.5 两个聚四氟乙烯(或具有类似化学稳定性的含氟材料)贮液瓶。

5.6 两个聚四氟乙烯烧杯。

5.7 5 个试样污染定位器。

由硬质有机玻璃(聚异丁烯酸甲酯)制成。确定污染面积和定位用(见附录 A(补充件))。

每个定位器必须配备一个扁平的肖氏硬度值不大于 60 的,尺寸为 45 mm \times 25 mm \times 2 mm 的素硅橡胶圈。

硅橡胶圈最好采用无填料的氟硅素橡胶制作。

橡胶圈第一次使用前,必须用清洗试样的有机溶剂(7.3)清洗,只有在经过仔细去污后才可复用。

每种核素必须单独配备 5.3~5.7 条中所述仪器、器具,以免交叉污染。

5.8 笼式搅拌去污器

该装置可放六片污染试样(见附录 B(补充件)),配备的电动机应能使搅拌器以 100 r/min 的转速运行。

6 污染液和去污剂

6.1 污染液

6.1.1 污染液组成

必须分别配制含有⁶⁰Co 和¹³⁷Cs 核素的污染溶液。

每种污染液必须具有的放射性浓度为:100 μ L 污染液蒸干后产生的计数率,经死时间和本底校正后,不少于 $2 \times 10^5 \text{ min}^{-1}$ (通常放射性浓度为 0.2 MBq/mL 可充分满足需要)。

放射性核素的载体在 pH 值为 4.0 ± 0.2 的硝酸溶液中的浓度为 $(1.0 \pm 0.1) \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 。

6.1.2 污染溶液的配制

6.1.2.1 放射性贮备溶液在按 6.1.2.4 条规定的方法蒸干后,残渣中除含有 Co^{+2} 和 Cs^{+} 及相应的 NO_3^- 离子外,不应含有别的成分。配制放射性贮备液的试剂都必须使用分析纯或高于分析纯纯度的试剂。

6.1.2.2 根据所需污染液的最终放射性浓度和最终体积,以及放射性核素贮备液的放射性浓度,可分别算出所需放射性核素贮备液体积。根据所需污染液载体最终浓度和最终体积,放射性核素贮备液的载体浓度和贮备液加入体积以及标定过的载体溶液浓度,可分别算出所需硝酸钴或硝酸铯载体溶液的加入体积(附录 C(补充件))。

6.1.2.3 把需要量的两种载体的贮备液分别加入到两个足够大的聚四氟乙烯容器里。为了保证贮备液中可能存在的氯离子(Cl^-)全为硝酸根离子所取代,按最终体积每 90 mL 污染液加入 5 mL 浓度为 1 mol/L 的高纯度硝酸。然后分别加入需要量的⁶⁰Co 或¹³⁷Cs 贮备液。

6.1.2.4 用红外灯加热,蒸发至干,直至不冒烟后,把红外灯远移至两倍初始距离处,继续加热两小时。待冷却后,分别用 pH4.0 的硝酸溶液(取密度为 1.4 g/mL 的硝酸 7 μ L,用二次蒸馏水稀释成 1 L)加至所需配制的最终体积,并把溶液摇匀。

按 8.1 条中规定的方法,测定上述溶液的比计数率。

pH 的测定必需至少在干渣全部溶解后 12 h 进行。

6.1.2.5 为了避免容器壁对浓度的影响和防止挥发,每种核素的污染溶液都必须保存在密封的聚四氟乙烯容器里,并将其封装在尽可能小的玻璃容器内。

6.1.2.6 按上述规程制备和保存的污染溶液,只要其 pH 值在规定范围内,放射性浓度变化值不超过初始值的 5%(经衰变校正),就可以长期使用。

6.2 去污剂

必须采用电导率不大于 3 $\mu\text{S/cm}$ 的去离子水作为去污剂,试验初始温度为 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

7 试验样品

7.1 制备及预试验

7.1.1 试样耐清洗液的试验

试样可以是任何适当的材料,如金属、非金属、各种涂层、地板覆盖材料等。为了预试验,试样至少应有一个足够大的、平的表面(7.2),必须具有足够的耐清洗液的能力,并须按下述程序检验。

a. 把一小团在清洗液(7.3)里浸渍过的脱脂棉放在试样表面上,用培养皿盖住。

b. 10 min 后,取走棉球,用洗瓶以去离子水吹洗表面。

c. 在 $40 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥 1 h。

d. 目视检查试样, 颜色和光泽无变化者宜作为试样材料。

7.1.2 非金属材料(包括有非金属涂层的金属)试样

受试非金属材料——如高分子聚合材料、玻璃、陶瓷材料, 必须有一个大小足够的、平的表面。若试样背衬是多孔的或者是无涂层的金属, 其背面和棱边必须涂覆易去污的材料(如环氧树脂、聚胺酯、氯化橡胶涂料等)。

制备带涂层的试样, 必须从所研究的涂覆材料中选取一个有代表性的样品。用于试验的涂料样品必须按有关标准方法制备。

涂覆材料必须按实际通用方式施用于背面或背衬上, 且必须经过适当处理。此外, 不允许进行诸如热老化等任何别的处理。

必须注明试样制作日期。

7.1.3 金属材料试样

金属或具有金属表面的试样, 必须按实际通用的方法进行预处理。金属试样背面及棱边的覆盖可照 7.1.2 条执行。试样制造厂必须提供试样表面粗糙度(平均粗糙度)。并应在样品材料说明书中加以注明。

7.2 试样数量和尺寸

需准备 15 块相同的试样, 用 5 块一组的两组试样分别对 ^{60}Co 和 ^{137}Cs 进行试验, 其余的样品用作预试验(7.1)和试验后的参照样品。

试样尺寸为 $50 \pm 1 \text{ mm} \times 50 \pm 1 \text{ mm}$, 厚度为 1~10 mm。

必须在每块试样上选一角(最接近直角的角)作参照角, 在它们的背面用细实线刻上(+)的记号。

选用其它尺寸的试样和其它制备条件必须与有关方面讨论决定, 还须在试验报告中注明。试样尺寸必须保证试样能放进清洗架。

7.3 试样的整备和清洗

试样必须存放在实验室敞开的容器里, 室内气氛必须清洁, 无腐蚀成分。室温在 $20 \pm 5^\circ\text{C}$ 。存放时间不少于 14 d。表面是陶瓷或玻璃的试样不作上述要求。

试样存放期间, 应保证试样表面不彼此接触。

擦洗方法:

第一步用柔软纤维织物泡浸汽油醚(沸点 $60 \sim 80^\circ\text{C}$)与异丙醇(含量 99% 以上)以 1:1(体积比)的混合液擦洗。第二步用近干的软纤维织物擦洗。第三步用泡浸去离子水的软纤维织物反复擦洗。

擦洗时, 一块试样每一步擦洗 5 遍, 每一遍用一团软纤维织物朝一个方向擦洗 5 次, 每擦洗一次要改变纤维织物的不同部位。最后用洗瓶中纯水喷洗, 直到试样表面上的纤维和微粒都被洗去。然后将试样竖放, 在 $40 \pm 5^\circ\text{C}$ 的环境下干燥 1 h。

另外, 被有机表面材料整个涂覆的试样如有特殊要求, 可不作预清洗而直接进行试验。在这种情况下, 务必根据厂家的说明制备样品, 并确信材料受试表面上无任何脏物。如果略去清洗步骤, 必须在试验报告中注明。

8 试验程序

8.1 每种污染溶液比计数率的确定

取三块 $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ 的平板玻璃, 在每块玻璃的中心位置滴加 $100 \mu\text{L}$ 污染液。应使污染中心与 8.2 条规定的实际试样的污染斑中心一致。为此, 可借助于定位器(5.7)进行操作。滴加污染液后, 在不超过 45°C 的温度下进行干燥。然后用 5.2 条规定的设备分别测三块玻璃片的计数率。

应确保测量的几何条件, 尤其是污染玻璃表面与探测器之间的距离必须与 8.3.2 条中规定的试样的测定条件完全一致。

每块玻璃片的测量时间为 1 min,测得的计数应作死时间和本底校正。

三块玻璃片测得的计数率的算术平均值乘以 10 就是污染液的比计数率(计数/(分·毫升))。

用上述方法分别确定⁶⁰Co 和¹³⁷Cs 污染液的比计数率。

8.2 污染

污染操作必须用图 2 所示的装置进行。操作方法如下:

8.2.1 抬高上框架,把一块试样插入定位器(5.7)。方法是:以试样的参照角(图 3)为前导,使其两边分别紧靠定位器 a、b 线,先使 B、b 接触,然后将带有硅橡胶圈的定位器上框架压在试样上,旋紧螺栓,使试样与定位器上部各边(a、b 边)紧密接触。

8.2.2 把 1 mL 污染溶液从定位器上框架中心加到试样上,保持定位器水平。若试样表面材料具高度疏水性,溶液不能立即在试样上散开,可倾斜定位器,以保证液体充分铺开,覆盖试验圆面。

8.2.3 在定位器上部开孔处盖一小培养皿,防止污染液蒸发。

8.2.4 过 120 ± 5 min 后,用一支 1 mL 移液管(5.4)吸尽污染液,为此可倾斜定位器。然后把定位器翻转过来,拧下螺母,移去定位器下框架,再向上揭起试样,防止污染液分散到未被污染的部分去。

8.2.5 为防止挥发,必须立即把试样固定到笼式搅拌去污器上。待全部试样固定好后,立即开始去污。从定位器上取下试样到把全部试样固定到笼式搅拌器上,不得超过 12 min。

8.3 去污

8.3.1 去污方法

8.3.1.1 用薄橡皮带或耐酸钢制蛇形弹簧把 5 块试样固定到笼式搅拌器的“窗框”上。为保证试样的污染面积位于“窗框”中心,应把试样的参照角盖在“窗框”的右下角上,试样的 A、B 边紧靠“窗框”的 d、e 线(先让 B、e 靠紧)(图 4)。第六窗用一块耐酸钢板盖严。每块薄试样的背后也用这样的钢板支撑,以保证薄试样有足够平整的表面。

8.3.1.2 把装有试样的笼式搅拌去污器浸没在盛有 900 ± 20 mL 去离子水(6.2)的烧杯(5.1)中,笼底直接接触到烧杯底。若烧杯未满足 5.1 条中的规定,去离子水在烧杯中的水位不得低于图 4 所示的最低水位线。

8.3.1.3 去污时水的初始温度必须为 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

8.3.1.4 以 100 ± 5 r/min 的速度转动笼式搅拌器 2.5 min 后,取出笼式搅拌器,并放入另一个装有去离子水的烧杯中,再转 10 s。从笼上取下试样,放入干燥箱中,在 $40 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥。

8.3.1.5 如果要检查去污液的再污染情况,则第六窗不装钢板而装上一块未被污染的试样。

8.3.2 残留计数率的确定

试样干燥后,用 5.2 条规定的设备测定计数率。测量时的几何条件(试样与探测器的距离和相对位置)必须与 8.1 条的测量条件相一致。

测定残留计数率应在用未污染试样测定本底后立即进行。

每次测量必须一次完成,并校正死时间及本底。测得的净计数必须超过 5 000,否则测量时间必须超过 10 min。

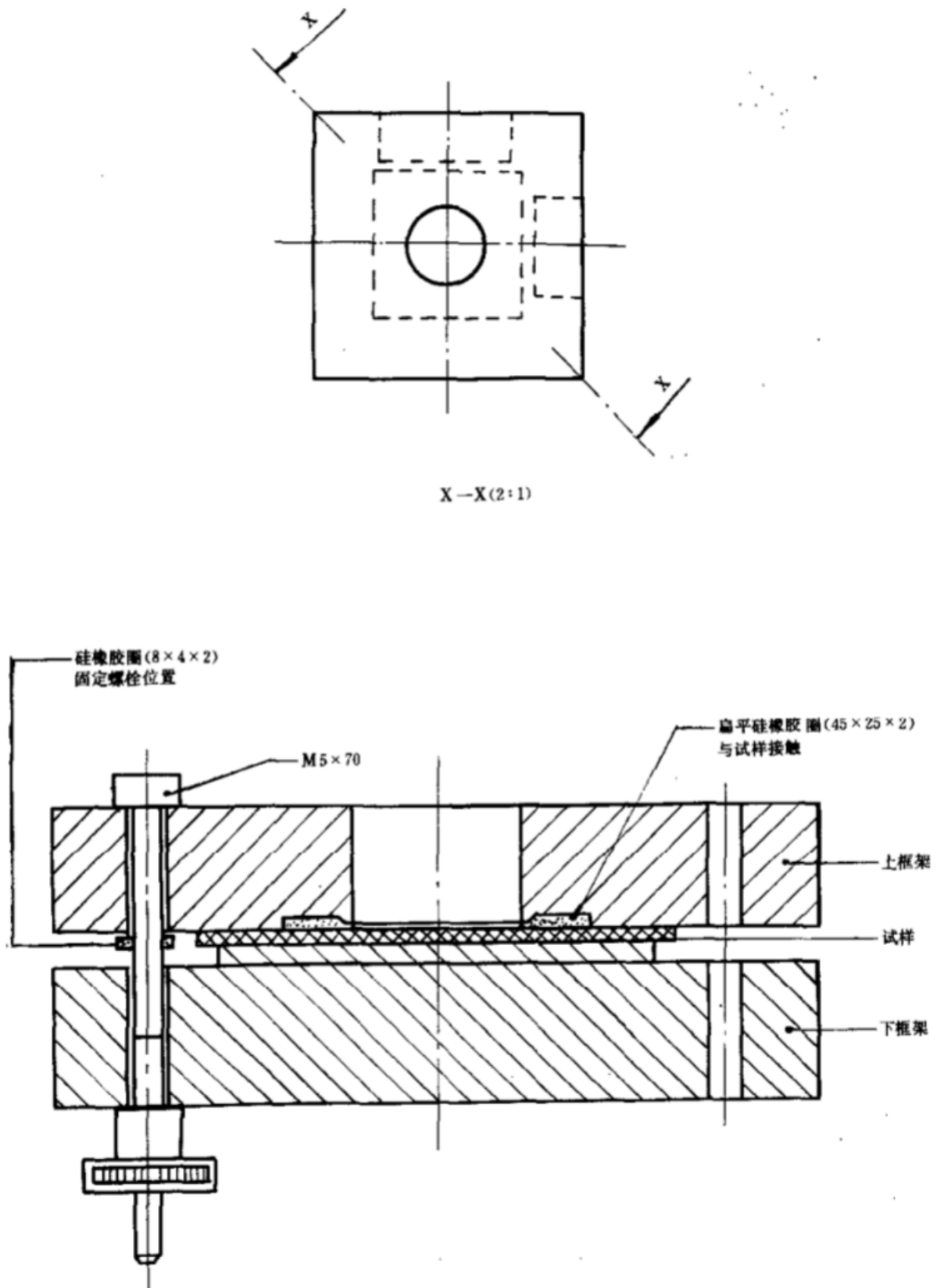


图 2 试样污染定位器(详见图 A1、A2)

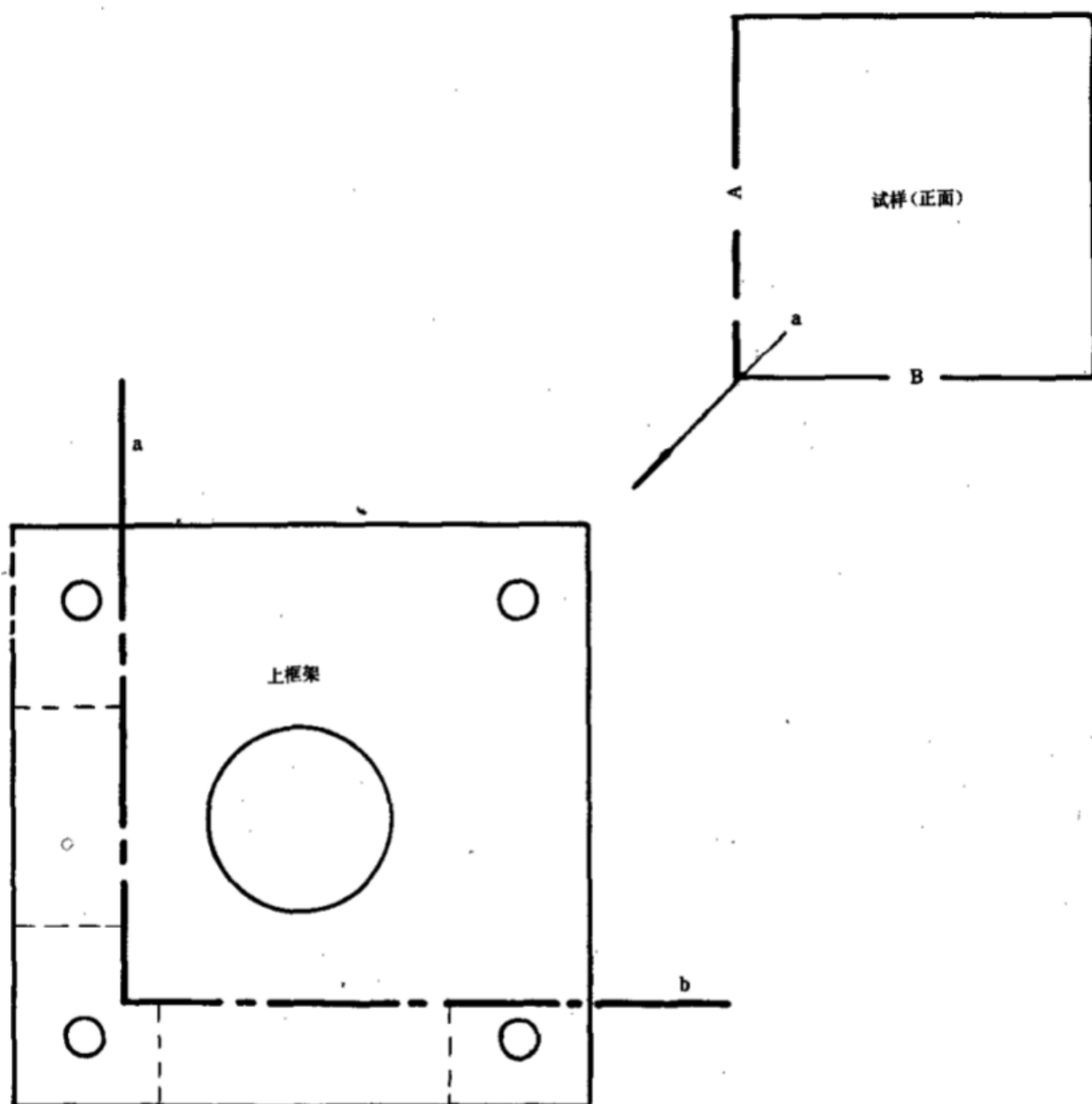


图 3 试样定位器操作示意图

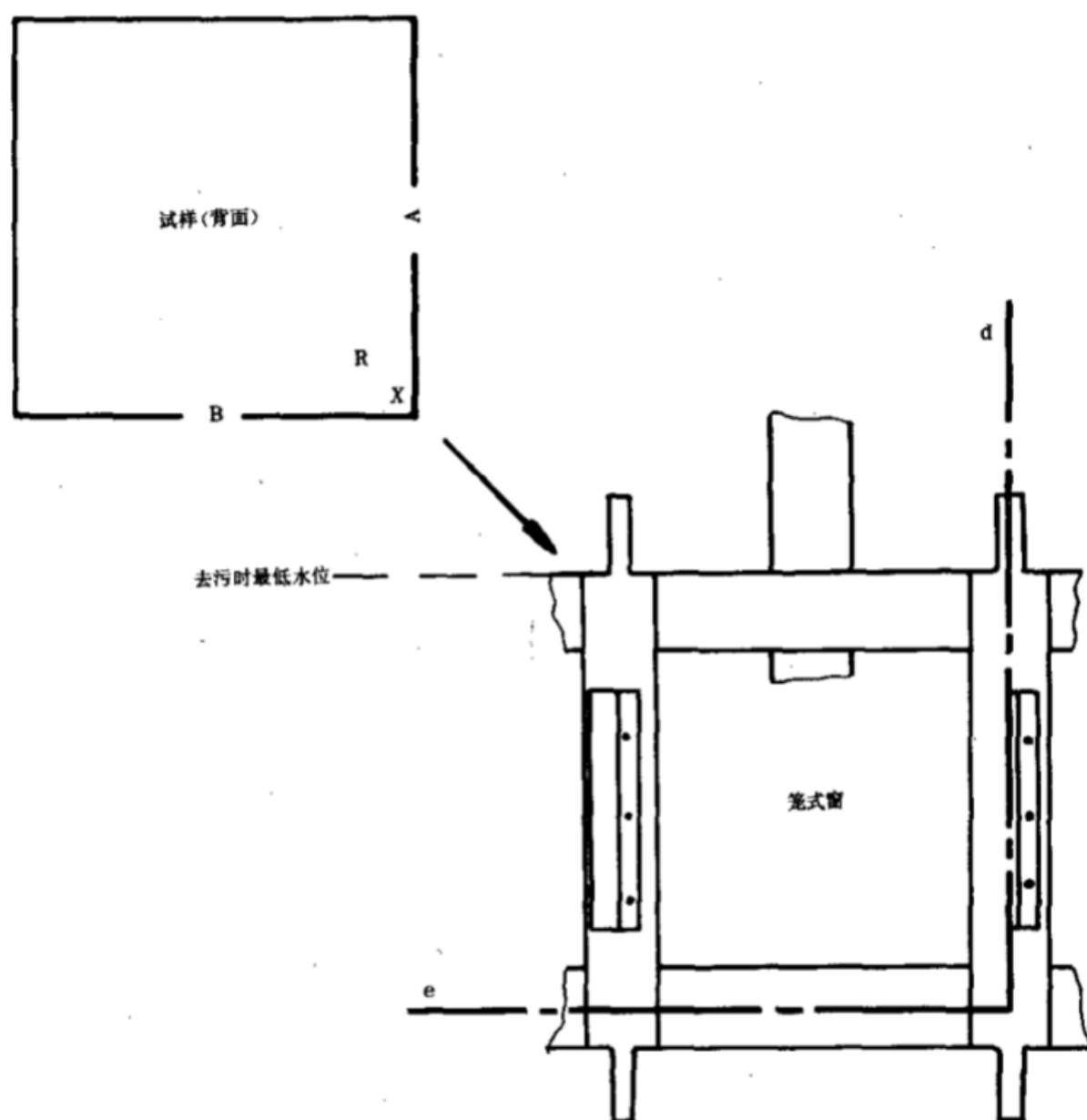


图 4 笼式搅拌去污器操作示意图
(详见图 B1~B9)

9 试验结果计算及去污难易程度的评价

9.1 结果计算

去污后,分别对 ^{60}Co 和 ^{137}Cs 污染的每组 5 块试样计算出残留计数率的平均残留计数率,分别乘以校正因子 $a(3.4)$ 即为标准平均残留计数率。 ^{60}Co 、 ^{137}Cs 的标准平均残留计数率的算术平均值——最终残留计数率即为计算的最终结果。

9.2 去污难易程度的评定

根据下表评价 ^{60}Co 、 ^{137}Cs 表面污染去污的难易程度。

表 1 去污难易程度评价表

最终残留计数率(FRC), min^{-1}	去污难易程度
$\text{FRC} < 3\ 000$	极易
$3\ 000 \leq \text{FRC} < 15\ 000$	易
$15\ 000 \leq \text{FRC} < 60\ 000$	较易
$60\ 000 \leq \text{FRC}$	难

10 试验报告

按附录 D(补充件)的要求编写试验报告。附录 D 的格式可作为试验报告的范例。

附录 A
试样污染定位器
(补充件)

A1 试样污染定位器下框架

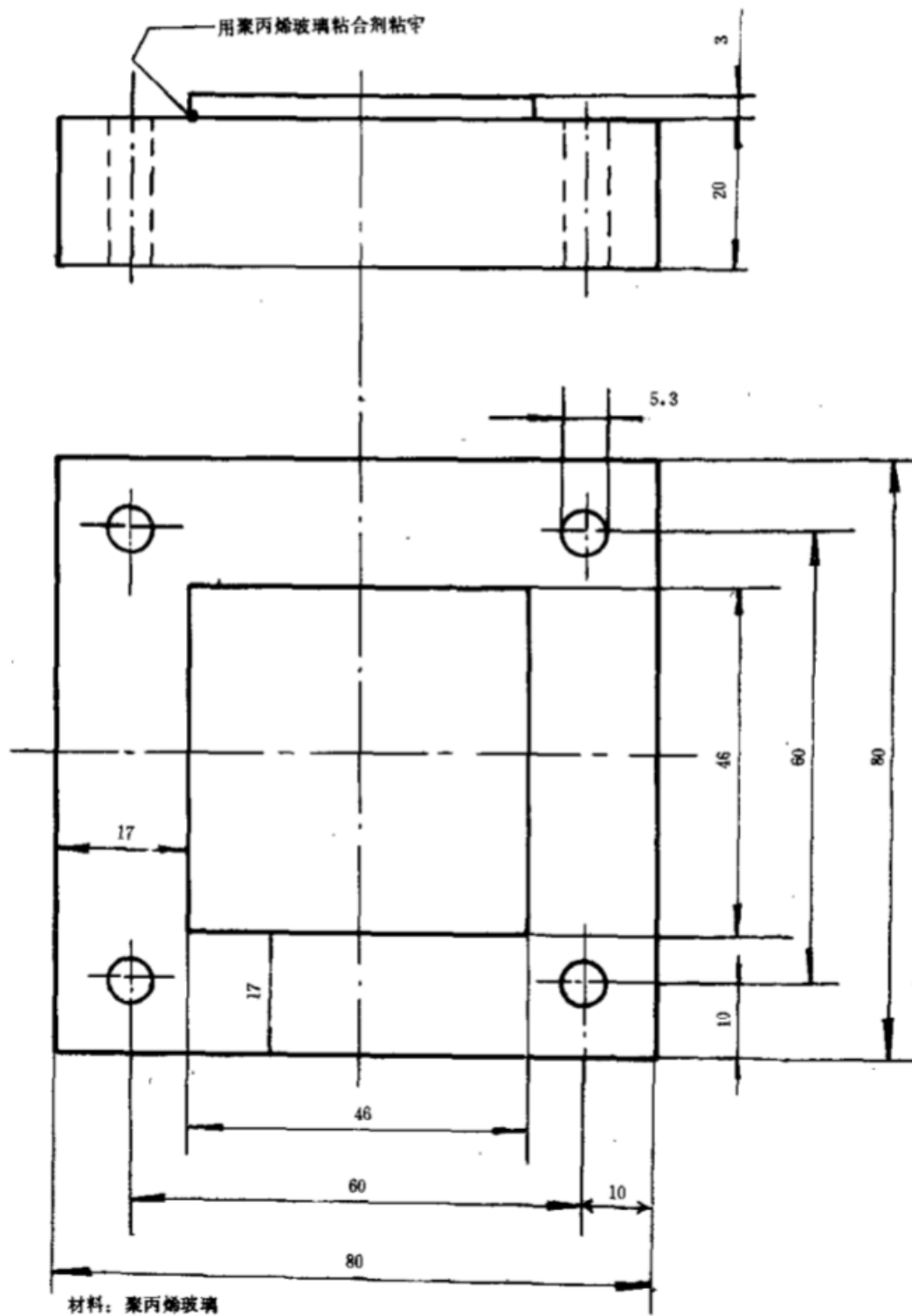


图 A1 试样污染定位器下框架

A2 试样污染定位器上框架

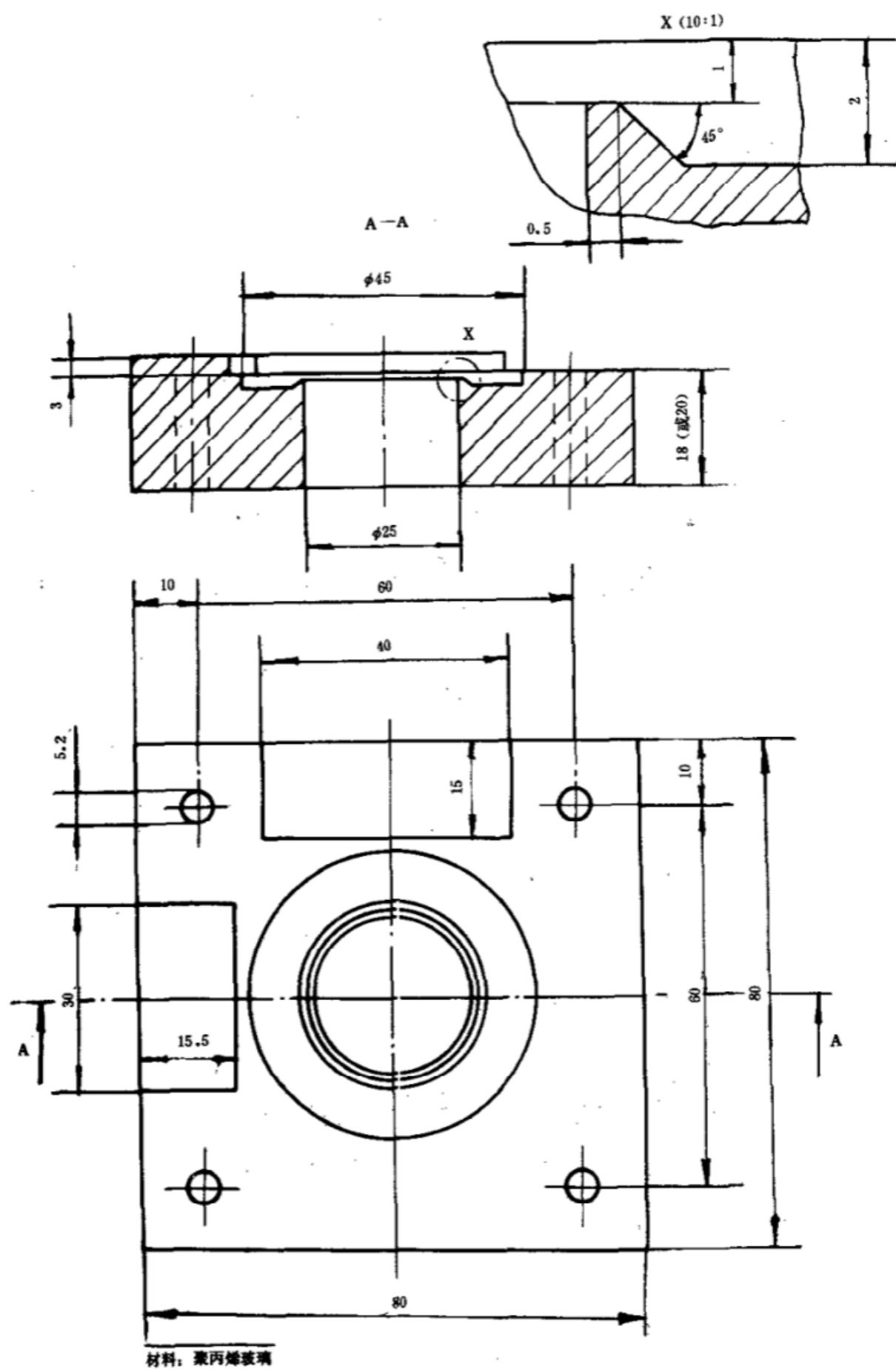


图 A2 试样污染定位器上框架

附录 B
笼式搅拌去污器
(补充件)

B1 笼式搅拌器总装图

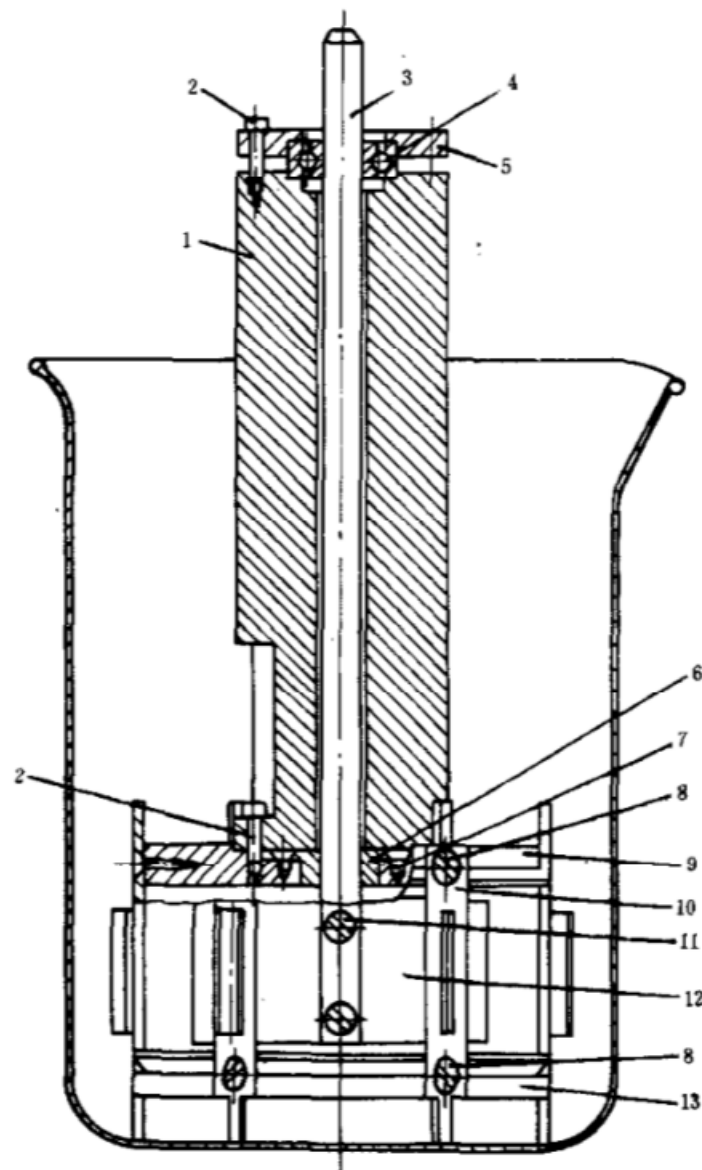


图 B1 笼式搅拌器总装图

B2 笼式搅拌去污器零件明细表

表 B1 笼式搅拌去污器零件明细表

序 号	件 数	名 称	材 料	零件图
1	1	搅拌器支柱	聚丙烯玻璃	图 B2
2	6	内六角圆柱头螺钉GB 70 M3×12	耐酸不锈钢	—
3	1	搅拌器轴	耐酸不锈钢	图 B3
4	1	径向深槽滚珠轴承带垫圈		—
5	1	轴承压板	聚丙烯玻璃	图 B4
6	1	孔径: $\phi 2.4$ 搅拌器轴承 间隙: 按 GB 5277 螺钉: 按 GB 68	聚四氟乙烯	图 B5
7	2	开槽沉头螺钉GB 68 M3×5	耐酸不锈钢	—
8	12	开槽沉头螺钉GB 68 M4×10	耐酸不锈钢	—
9	1	上六角盘	聚丙烯玻璃	图 B6
10	6	孔径: $\phi 4.5$ 连接件 间隙: 按 GB 5277 螺钉: 按 GB 68	耐酸不锈钢	图 B7
11	2	开槽半沉头螺钉GB 69 M3×10	耐酸不锈钢	—
12	1	搅拌器叶片	耐酸不锈钢	图 B8
13	1	下六角盘	聚丙烯玻璃	图 B9

B3 笼式搅拌去污器零件图

B3.1 搅拌器支柱

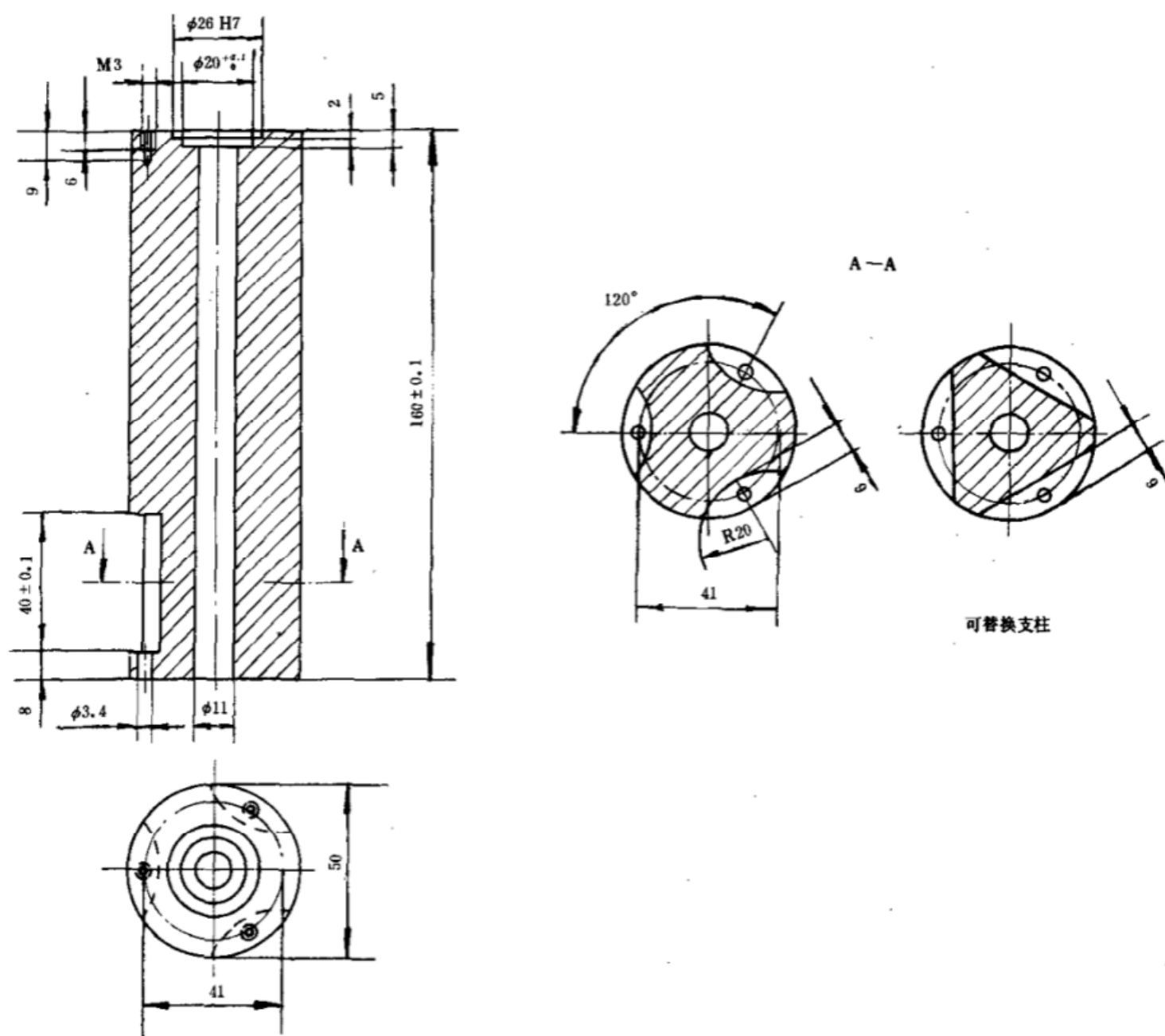


图 B2 搅拌器支柱

B3.2 搅拌器轴

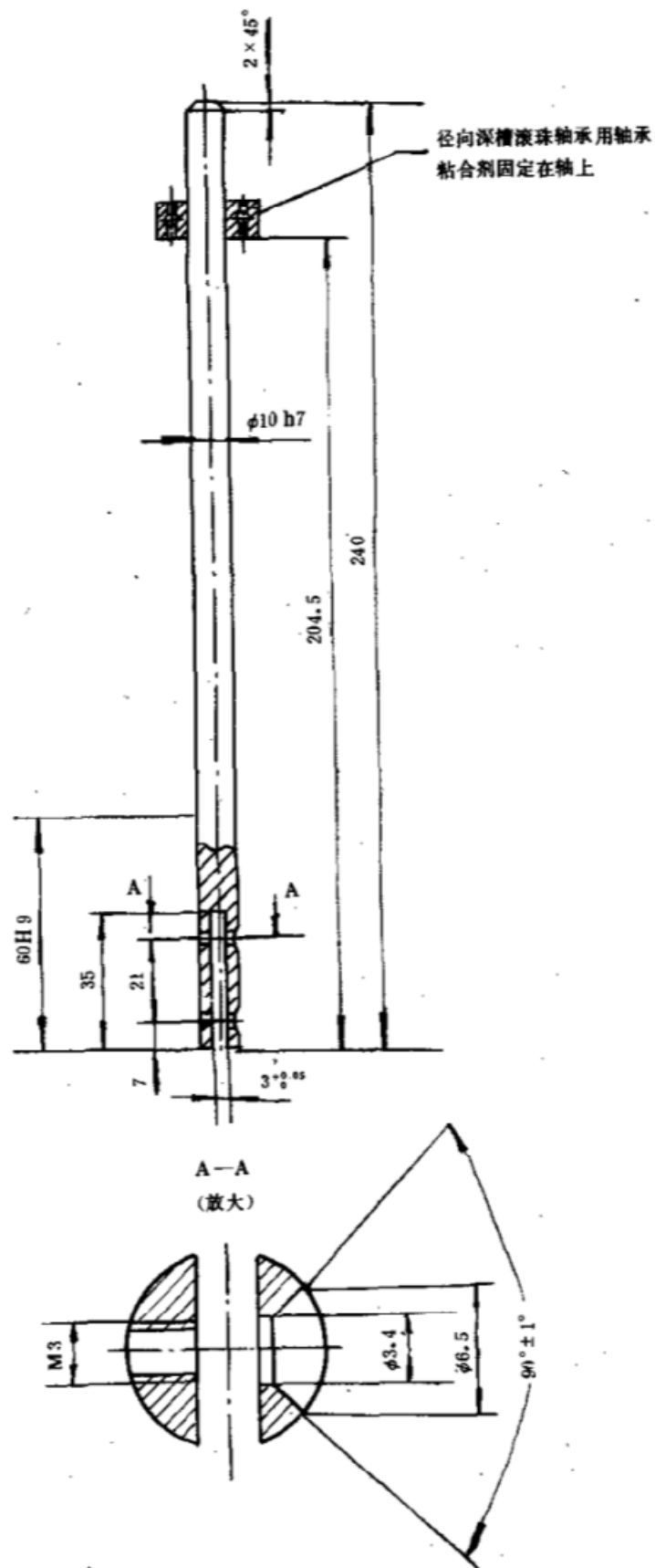


图 B3 搅拌器轴

B3.3 轴承压板

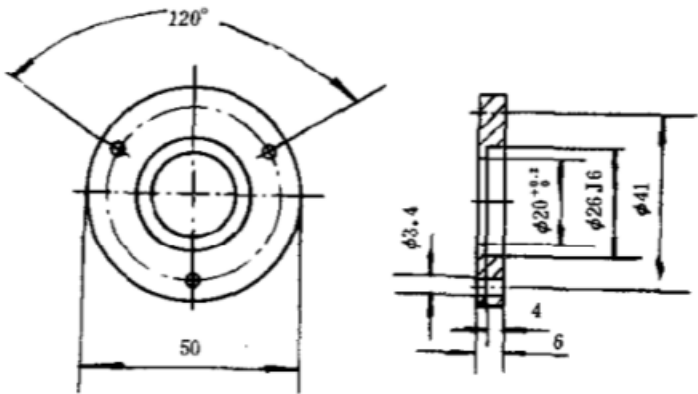


图 B4 轴承压板

B3.4 搅拌器轴承

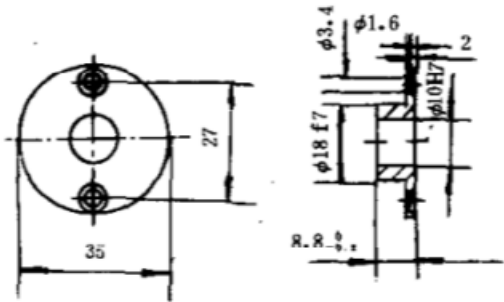


图 B5 搅拌器轴承

B3.5 上六角盘

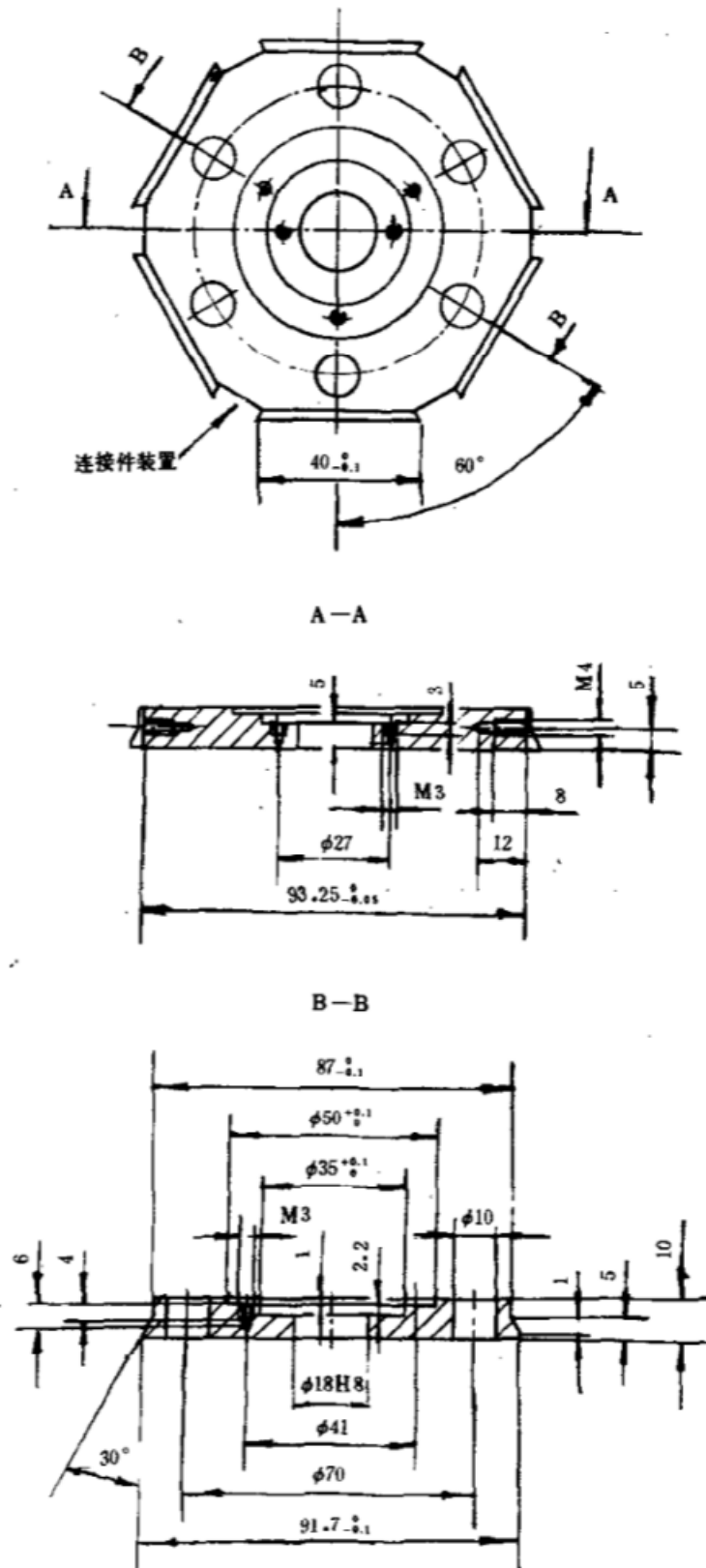


图 B6 上六角盘

B3.6 连接件

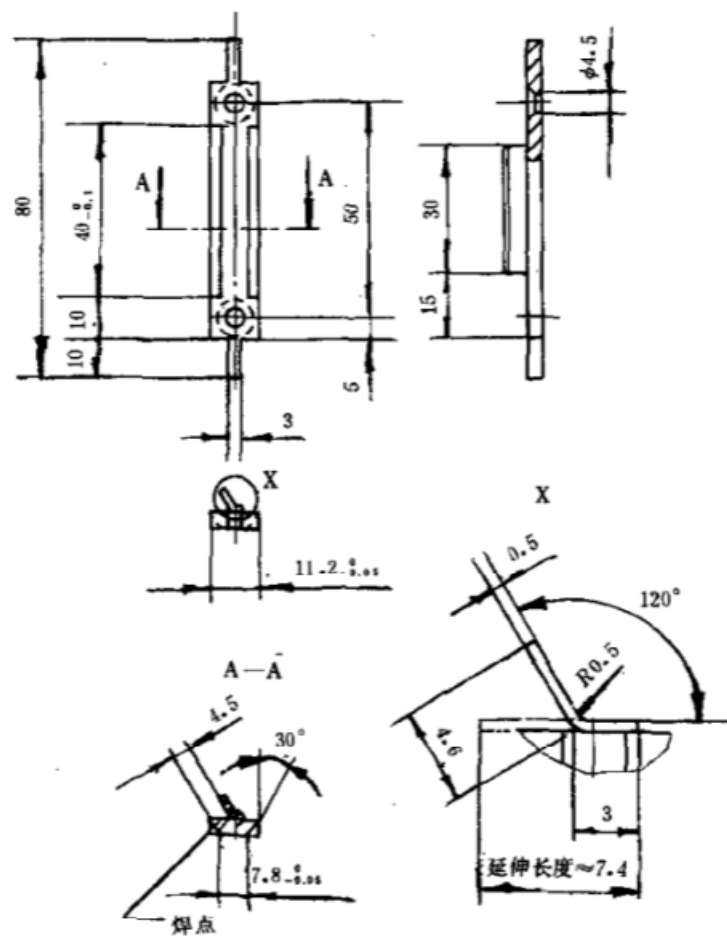
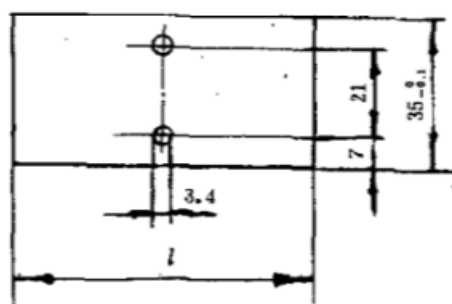


图 B7 连接件

B3.7 搅拌器叶片



l	50	60	70
-----	----	----	----

厚度 = 3mm

图 B8 搅拌器叶片

B3.8 下六角盘

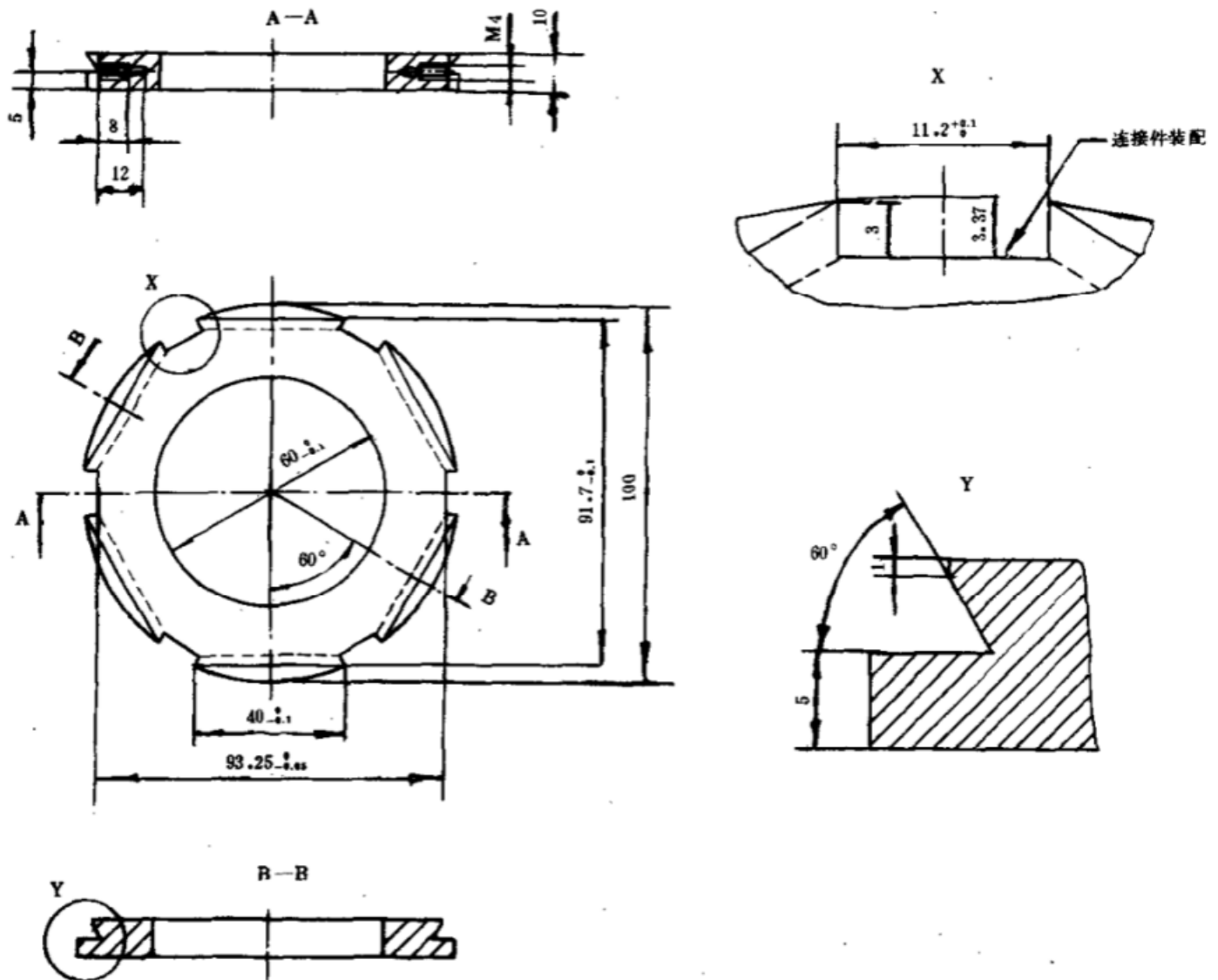


图 B9 下六角盘

附录 C

 ^{60}Co 、 ^{137}Cs 污染溶液的计算公式

(补充件)

C1 本附录给出了配制放射性浓度为 0.2 MBq/mL, 载体浓度为 10^{-5} mol/L 的放射性污染溶液所需要的放射性核素贮备液和标定过的载体溶液体积的计算公式。

C1.1 配制污染溶液所需要的放射性核素贮备液体积的计算公式:

设: 所需污染液的最终体积为 $V_{\text{污}}$ (mL)。

贮备液的放射性浓度为 S (MBq/mL)。

所需污染液的最终放射性浓度为 0.2 MBq/mL。

则: 所需放射性核素贮备液的体积为 $V_{\text{贮}}$ 。

$$V_{\text{e}} = \frac{0.2V_{\text{污}}}{S} (\text{mL}) \quad \dots\dots\dots (\text{C1})$$

C1.2 配制污染液所需标定过的载体溶液体积的计算公式:

设: ^{60}Co 或 ^{137}Cs 贮备液中载体浓度为 $M(\text{mol/L})$ 。

标定过的载体溶液的浓度为 $m(\text{mol/L})$ 。

则: 所需标定过的载体溶液的体积为 $V_{\text{载}}$ 。

$$V_{\text{载}} = \frac{1.0 \times 10^{-5} \cdot V_{\text{污}} - 0.2V_{\text{污}} \cdot M/S}{m} (\text{mL}) \quad \dots\dots\dots (\text{C2})$$

附录 D

试验报告范例

(补充件)

试验单位:

试验报告号:

委托单位:

送检人:

D1 委托单位提供的有关资料

D1.1 材料名称和用途(如用作地板覆盖材料、容器涂层等)。

D1.2 材料生产厂。

D1.3 试验材料一般情况。

出厂标号、颜色、光泽、表面粗糙度、其它资料。

D1.4 试验材料的重要组分(如:粘合剂、固化剂、填充剂等)。

D1.5 试验材料制造和使用说明(如:使用方法、干燥时间和干燥温度等)。

D1.6 试样尺寸及载体(背衬)材料。

D1.7 试样进行过何种预处理(如机械处理、热处理、化学处理等)。

D1.8 试样制备日期。

D2 试验单位提供的资料

D2.1 试样试验前的表观(颜色、表面状态、光泽、表面粗糙度等)。

D2.2 去污难易程度试验有关资料:

D2.2.1 试验日期。

D2.2.2 测量仪器。

D2.2.3 探测器。

D2.2.4 污染剂(核素)。

D2.3 测量结果:

D2.3.1 所用各种放射性核素的标准平均残留计数率。

D2.3.2 最终残留计数率。

D2.3.3 去污难易程度评定。

试验单位 签字： 盖章：

试验日期××××年××月××日

附加说明：

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由核总公司第一研究设计院负责起草。

本标准主要起草人黄富端。

(京)新登字 023 号

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
放 射 性 污 染 表 面 去 污
试 验 与 评 价 去 污 难 易 程 度 的 方 法
GB/T 14057—93

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1½ 字数 41 千字
1993 年 12 月第一版 1993 年 12 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066 · 1-10116 定价 4.00 元

*

标 目 230—18

