

# HJ

## 中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1323—2023

### 水中铅-210 的分析方法 冠醚树脂分离- $\beta$ 计数器法

Determination of lead-210 in water — Resin separation- $\beta$  counter method

本电子版为正式标准文本，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2023-12-05 发布

2024-01-01 实施

生态环境部 发布

## 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	3
7 样品.....	3
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	5
10 准确度.....	6
11 质量控制.....	6
12 废物处理.....	7
13 注意事项.....	7
附录 A（资料性附录） 探测下限、铋-210 测量时间校正和不确定度.....	8
附录 B（资料性附录） 铅-210/钋-210 联测方法.....	11



## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国放射性污染防治法》和《中华人民共和国核安全法》，规范水中铅-210的分析测量工作，制定本标准。

本标准规定了地表水、地下水、饮用水、海水和废水中铅-210的分析和测量。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部核设施安全监管司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：江苏省核与辐射安全监督管理中心。

本标准验证单位：上海市辐射环境安全技术中心、山东省核与辐射安全监测中心、安徽省辐射环境监督站、甘肃省核与辐射安全中心、四川省辐射环境管理监测中心站、连云港辐射环境监测管理站、苏州热工研究院有限公司和江苏省苏核辐射科技有限责任公司。

本标准生态环境部 2023 年 12 月 5 日批准。

本标准自 2024 年 1 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 水中铅-210 的分析方法 冠醚树脂分离-β 计数器法

警告：本标准应用到硝酸、盐酸、硫酸、硝酸铅，为避免强酸腐蚀和毒性损害，建议做好个人防护，在通风橱内操作。

## 1 适用范围

本标准规定了测定水中铅-210 的冠醚树脂分离-β计数器法。

本标准适用于地表水、地下水、饮用水、海水和废水中铅-210 的分析和测量。典型条件下，方法探测下限可达 2.0 mBq/L。具体内容参见附录 A.1。

## 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB 8999	电离辐射监测质量保证通用要求
GB/T 11682	低本底α和/或β测量仪
HJ 61	辐射环境监测技术规范
HJ 493	水质 样品的保存和管理技术规定
HJ 494	水质 采样技术指导
HJ 495	水质 采样方案设计技术规定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**β 计数器** β counter

通过对β粒子电离辐射强度进行计数，测量待测样品中放射性核素β放射性活度浓度的仪器。

### 3.2

**冠醚树脂** crown ether resin chromatography

冠醚化合物是具有“—CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O—”重复结构单元的大环化合物，溶解于有机溶剂，负载于惰性支撑体上形成冠醚树脂，可与特定离子形成特异性络合物，用于提纯和收集待测溶液中的锶、铅、钋等离子。其中锶树脂可用于铅-210/钋-210 联测，铅树脂利于铅的洗脱。

### 3.3

**铅载体** lead carrier

利用稳定铅同位素与待分离的铅-210 在整个分析过程中具有相同化学行为的特点，既对铅-210 起到载带作用，又可利用分离出来的载体含量计算载体的化学回收率，从而计算出样品中铅-210 的原始总量。

#### 4 方法原理

样品中铅-210的活度根据与其处于放射性平衡的子体核素铋-210的活度来确定。

水样中加入稳定铅载体，氢氧化铁共沉淀，吸附载带水中铅。盐酸溶解沉淀，冠醚树脂吸附铅，柠檬酸铵溶液解吸铅，以硫酸铅沉淀形式称重，平衡一个月后测量其子体铋-210的 $\beta$ 计数，计算样品中铅-210的放射性活度浓度。

#### 5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水，所有试剂都不具有可测到的 $\beta$ 放射性。

5.1 盐酸（HCl），质量分数 36%~38%。

5.2 盐酸（HCl），浓度 1.0 mol/L。

5.3 盐酸（HCl），浓度 2.0 mol/L。

5.4 硝酸（HNO<sub>3</sub>），质量分数 65%~68%。

5.5 硝酸（HNO<sub>3</sub>），浓度 8.0 mol/L。

5.6 硝酸（HNO<sub>3</sub>），浓度 1.0 mol/L。

5.7 硝酸（HNO<sub>3</sub>），浓度 0.1 mol/L。

5.8 硫酸（H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>），质量分数 95.0%~98.0%。

5.9 硫酸（H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>），浓度 2.0 mol/L。

5.10 无水乙醇（C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH），纯度 $\geq$ 98.0%。

5.11 氨水（NH<sub>4</sub>OH），质量分数 28%~30%。

5.12 过氧化氢（H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>），质量分数 $\geq$ 30.0%。

5.13 高锰酸钾（KMnO<sub>4</sub>），纯度 $\geq$ 99.0%。

5.14 高锰酸钾溶液（KMnO<sub>4</sub>），质量浓度 2%。

称取 2.0 g 高锰酸钾（5.13），用水溶解后定容至 100 ml。

5.15 三氯化铁（FeCl<sub>3</sub>），纯度 $\geq$ 99.0%。

5.16 三氯化铁溶液（FeCl<sub>3</sub>），浓度约 Fe<sup>3+</sup>20 mg/ml，1.0 mol/L 盐酸溶液。

称取 58.04 g 三氯化铁（5.15），用盐酸溶液（5.2）溶解后定容至 1 L。

5.17 无水硫酸钠（Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>），纯度 $\geq$ 99.0%。

5.18 饱和硫酸钠溶液。

称取 30.0 g 无水硫酸钠（5.17），溶于 100 ml 水中搅拌，制成饱和硫酸钠溶液。

5.19 硝酸铅（Pb（NO<sub>3</sub>）<sub>2</sub>），纯度 $\geq$ 99.9%。

5.20 铅载体，浓度约 Pb<sup>2+</sup>10 mg/ml，0.1 mol/L 硝酸溶液。

准确称取 4.00 g 硝酸铅（5.19），转入 250 ml 烧杯中，加入 100 ml 硝酸（5.7），搅拌直至全部溶解，用硝酸（5.7）定容至 250 ml 容量瓶。

5.21 柠檬酸铵，纯度 $\geq$ 99.0%。

5.22 柠檬酸铵溶液，浓度 0.05 mol/L。

称取 12.16 g 柠檬酸铵（5.21），用水溶解后，定容至 1 L。

5.23 铅-210 标准溶液，采用有证标准物质，活度浓度值推荐 0.1 Bq/g~1.0 Bq/g。

5.24 冠醚树脂，粒径 50  $\mu$ m~100  $\mu$ m，1.0 g~1.5 g 树脂/柱，铅交换容量约 30 mg/g。

## 6 仪器和设备

- 6.1 低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪：仪器的性能指标应满足 GB/T 11682 中 II 级以上要求。
- 6.2 测量盘：带有边沿的不锈钢圆盘，圆盘的质量厚度至少为  $2.5 \text{ mg/mm}^2$ ，测量盘的直径取决于仪器探测器的直径及样品源托的大小。
- 6.3 分析天平，分度值优于  $0.1 \text{ mg}$ 。
- 6.4 离心机，容量  $250 \text{ ml} \times 4$ ，转速不小于  $5000 \text{ 转/min}$ 。
- 6.5 交换柱，柱高  $20 \text{ cm}$ ，内径  $0.5 \text{ cm}$ ，上端储液槽体积  $100 \text{ ml}$  或其它等效容量交换柱。
- 6.6 可拆卸式漏斗。
- 6.7 pH 计或精密 pH 试纸 ( $8.5 \sim 9.2$ )。
- 6.8 其它一般实验室常用仪器和设备。

## 7 样品

- 7.1 水体样品的代表性、采样方法和保存方法按 HJ 61、HJ 493、HJ 494、HJ 495 进行。
- 7.2 采样前将采样设备清洗干净，并用待采水样冲洗聚乙烯采样桶 3 遍，水样采集后立即用硝酸酸化至  $\text{pH}=1 \sim 2$ ，以减少放射性物质被器壁吸收所造成的损失。水样采集后，应尽快分析测定，水样保存期一般不超过 2 个月。
- 7.3 为了排除沉淀物的影响而进行过滤（澄清）时，在过滤或澄清后取上清液再酸化。

## 8 分析步骤

### 8.1 样品预处理

- 8.1.1 量取  $1 \text{ L} \sim 5 \text{ L}$  已酸化水样置于烧杯中，准确加入  $2.00 \text{ ml}$  铅载体（5.20），边搅拌边滴加高锰酸钾溶液（5.14），直至水样呈现稳定的紫色，静置  $30 \text{ min}$ 。
- 8.1.2 加入  $5 \text{ ml}$  三氯化铁溶液（5.16），不断搅拌直至分散均匀。
- 8.1.3 烧杯置于电热板上加热至  $50 \text{ }^\circ\text{C} \sim 60 \text{ }^\circ\text{C}$  后移出，边搅拌边缓慢滴加氨水（5.11），直至  $\text{pH}=8.5 \sim 9.2$ （用 pH 计或精密 pH 试纸（6.7）测定）。每隔半小时搅拌一次，直至无上悬浮物，静置过夜。
- 8.1.4 沉淀完全沉积于烧杯底部后，倾倒或虹吸上清液，离心或过滤，收集沉淀，弃去滤液。用去离子水清洗烧杯和沉淀 3 次。
- 8.1.5 用  $10 \text{ ml}$  盐酸（5.3）溶解沉淀，沉淀溶解液过滤收集于  $100 \text{ ml}$  烧杯中。用  $10 \text{ ml}$  盐酸（5.3）分 3 次清洗滤纸，清洗液合并入烧杯中。向烧杯中滴加  $2 \sim 3$  滴过氧化氢（5.12），在电热板上煮沸  $3 \text{ min}$ ，取下冷却，备用。

### 8.2 分离和纯化

- 8.2.1 冠醚树脂的填装：称取  $1.0 \text{ g} \sim 1.5 \text{ g}$  冠醚树脂（5.24）用去离子水浸润，交换柱（6.5）下端使用玻璃纤维填塞，树脂装入交换柱内，上端使用玻璃纤维封堵。用  $10 \text{ ml}$  硝酸（5.5）淋洗，使冠醚树脂浸没于酸性条件下，具备最优的吸附能力，备用。
- 8.2.2 上柱：滤液（8.1.5）转入交换柱储液槽内，依靠重力过柱。
- 8.2.3 洗涤：当滤液通过交换柱上端玻璃纤维与树脂交界处，用  $20 \text{ ml}$  盐酸（5.3）洗涤烧杯，洗涤液倒入交换柱储液槽内，依靠重力过柱，记录洗涤液开始过柱的时刻  $t_1$ 。然后再依次用  $10 \text{ ml}$  硝酸（5.6）



和 30 ml 硝酸（5.7）洗涤色层柱。

8.2.4 解吸：当洗涤溶液通过交换柱上端玻璃纤维与树脂交界处，加入 20 ml 柠檬酸铵溶液（5.22）解吸，解吸液用 100 ml 烧杯接收。

8.2.5 冠醚树脂的再生：将 30 ml 去离子水加入交换柱储液槽内，依靠重力过柱洗涤色层柱，然后用 10 ml 硝酸（5.5）淋洗，备用。

### 8.3 制样和测量

8.3.1 蒸干：解吸液（8.2.4）置于电热板上直接加热蒸发至近干后，换用水浴蒸发方式，继续加热直至溶液全部蒸干，冷却。

8.3.2 沉淀：加入 20 ml 去离子水溶解，再加入 2 滴硫酸（5.9）和 1 ml 饱和硫酸钠溶液（5.18）。沿烧杯内壁持续搅拌 1 min 以上，直至出现大量白色沉淀。

8.3.3 制样：沉淀在铺有已恒重的慢速定量滤纸的可拆卸式漏斗（6.6）上抽吸过滤，用去离子水洗涤沉淀 3 次以上，再用 10 ml 无水乙醇（5.10）洗涤沉淀。沉淀连同滤纸置于 45 °C 烘箱中烘 1 h 以上，直至恒重。两次质量之差即为样品源硫酸铅沉淀质量。样品源置于干燥器内保存，待测。

8.3.4 测量：样品源（8.3.3）放置一个月后，铅-210 与子体铋-210 基本平衡，置于测量盘（6.2）上，在低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪（6.1）上测量样品源的 $\beta$ 计数。

### 8.4 铅载体的标定

8.4.1 标定：取四个 100 ml 烧杯，向每个烧杯中加入 2.00 ml 铅载体溶液（5.20）、20 ml 去离子水、2 滴硫酸（5.9）和 1 ml 饱和硫酸钠溶液（5.18），充分搅拌 1 min 以上，直至出现大量白色沉淀。沉淀在铺有已恒重的慢速定量滤纸的可拆卸式漏斗（6.6）上抽吸过滤，依次用去离子水和无水乙醇（5.10）各 10 ml 洗涤沉淀。沉淀连同滤纸置于 45 °C 烘箱中烘 1 h 以上，直至恒重。两次质量之差 $\Delta m_c$ 即为载体硫酸铅沉淀的质量。

8.4.2 计算：铅载体（ $Pb^{2+}$ ）含量按公式（1）计算：

$$m_{Pb} = \frac{\Delta m_c}{2.00} \times \frac{207.2}{303.25} \quad (1)$$

式中： $m_{Pb}$ ——铅载体（ $Pb^{2+}$ ）含量，mg/ml；

$\Delta m_c$ ——载体硫酸铅沉淀的质量，mg；

207.2——铅的相对原子质量；

2.00——加入的铅载体溶液体积，ml；

303.25——硫酸铅的相对分子质量。

8.4.3 铅载体的含量取四个标定结果的平均值。

### 8.5 仪器刻度

8.5.1 取六个 100 ml 烧杯，分别加入 2.00 ml 铅载体（5.20）、1.00 ml 铅-210 标准溶液（5.23）和 10 ml 盐酸溶液（5.3），充分搅拌，按照 8.2.2~8.3.3 步骤操作，制成标准样品源，两次质量之差 $\Delta m_s$ 即为标准样品源硫酸铅沉淀的质量。在低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪（6.1）上测量 $\beta$ 计数。

8.5.2 化学回收率按照公式（2）计算：

$$Y = \frac{207.2 \times \Delta m_s}{2.00 \times 303.25 \times m_{Pb}} \quad (2)$$

式中： $Y$ ——标准样品源的铅化学回收率，%；  
 207.2——铅的相对原子质量；  
 $\Delta m_s$ ——标准样品源硫酸铅沉淀的质量，mg；  
 2.00——加入的铅载体溶液体积，ml；  
 303.25——硫酸铅的相对分子质量；  
 $m_{pb}$ ——铅载体（ $Pb^{2+}$ ）含量，mg/ml。

8.5.3 仪器探测效率按照公式（3）计算：

$$E = \frac{N_s - N_b}{60 \times Y \times A} \quad (3)$$

式中： $E$ ——仪器对铋-210的探测效率，%；  
 $N_s$ ——标准样品源的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；  
 $N_b$ ——仪器本底的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；  
 60——分钟转换为秒的系数；  
 $Y$ ——标准样品源的铅化学回收率，%；  
 $A$ ——加入铅-210标准溶液的活度，Bq。

8.5.4 取六个标准样品源探测效率平均值作为仪器的探测效率。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 结果计算

水样中铅-210放射性活度浓度  $C_{pb}$  (Bq/L)，按照公式（4）进行计算。

$$C_{pb} = \frac{N_x - N_b}{60 \times Y \times E \times V} \quad (4)$$

式中： $C_{pb}$ ——水样中铅-210的活度浓度，Bq/L；  
 $N_x$ ——样品源的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；  
 $N_b$ ——仪器本底的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；  
 60——分钟转换为秒的系数；  
 $Y$ ——样品源的铅化学回收率，%；  
 $E$ ——仪器对铋-210的探测效率，%；  
 $V$ ——分析水样的体积，L。

### 9.2 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留3位有效数字。不确定度评定参见附录A.3。



## 10 准确度

### 10.1 精密度

6家实验室对活度浓度分别是 0.035 Bq/L、0.153 Bq/L 和 1.76 Bq/L 的铅-210 废水样品和标准样品进行了测定：

实验室内相对标准偏差分别为：5.6%~23.4%，2.0%~9.1%，0.8%~5.3%；

实验室间相对标准偏差分别为：11.1%，13.5%，3.8%；

重复性限分别为：0.0161 Bq/L，0.021 Bq/L，0.140 Bq/L；

再现性限分别为：0.0180 Bq/L，0.061 Bq/L，0.225 Bq/L。

### 10.2 正确度

6家实验室对活度浓度分别是 0.035 Bq/L、0.153 Bq/L 和 1.76 Bq/L 的铅-210 废水样品和标准样品进行了测定：

相对误差分别为：3.4%~15.1%，0.7%~25.5%，0~6.8%；

相对误差最终值分别为：(9.4±8.6)%，(8.4±20.0)%，(2.5±5.4)%。

## 11 质量控制

### 11.1 仪器质控

#### 11.1.1 仪器泊松分布检验

低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪的计数须满足泊松分布，每年应至少进行1次泊松分布检验，检验方法参照 GB 8999 中的附录 A “低本底测量装置的泊松分布检验方法”执行。

#### 11.1.2 仪器本底、效率质量控制

使用质量控制图检验仪器的本底和探测效率的稳定性，保证日常工作的一致性。

参照 HJ 61，在相同测量条件，收集 20 个以上的本底计数率和参考源效率数据（如每月收集 1~2 个数据，大约一年时间），计算这些数据的平均值和标准差，建立本底和探测效率质控图。

参考源推荐使用镅-90/钷-90 电镀源，电镀源活性区直径不小于 25 mm，表面粒子发射率不少于 ( $10^2\sim 10^3$ ) 粒子数/(min·2 $\pi$ )。

### 11.2 样品质控

#### 11.2.1 平行双样的测定

每批次随机抽取 10%~20%的样品进行平行双样测定，样品数量少于 10 个时，应至少测定 1 个平行样。

平行双样测定结果的相对偏差 $\leq 30\%$ ，也可按照公式 (5) 进行判断。

$$|y_1 - y_2| \leq \sqrt{2}U(y) \quad (5)$$

式中： $y_1$ ——样品测量结果，Bq/L；

$y_2$ ——平行样测量结果，Bq/L；

$U(y)$ ——样品测量的扩展不确定度（置信水平95%），Bq/L。

### 11.2.2 加标回收率的测定

每 20 个或每批次样品（ $\leq 20$ ），随机抽取 5%~10% 的样品，加入一定量的铅-210 标准溶液（加标量一般为样品活度的 1~3 倍）进行加标回收率测定；样品数量少于 10 个时，应至少测定 1 个加标回收率。

加标回收率应控制在 70%~130% 范围内。也可按照公式（6）进行判断。

$$E_n = \frac{|x - X|}{\sqrt{U_{\text{lab}}^2 + U_{\text{ref}}^2}} \leq 1 \quad (6)$$

式中： $E_n$ ——加标回收测量结果比率值；

$x$ ——加标回收量，Bq；

$X$ ——加标量，Bq；

$U_{\text{lab}}$ ——实验室测量的扩展不确定度（置信水平 95%），Bq；

$U_{\text{ref}}$ ——所加标准物质的扩展不确定度（置信水平 95%），Bq。

### 11.2.3 实验室全过程空白试剂测定

每更新一批试剂均需进行全过程空白试剂测定。计算空白样品计数率的平均值和标准偏差，并检验其与仪器的本底计数率在 95% 的置信水平下是否有显著性差异，若存在显著性差异，则采用实验室全过程空白试剂的本底代替仪器本底。

## 12 废物处理

实验中产生的废物应分类收集，并按规定由有资质的单位集中处理。

## 13 注意事项

13.1 分析纯硝酸铅粉末中可能含有一定的天然放射性核素，配置铅载体时，应核查载体的放射性水平，若需要进一步降低方法探测下限，可选择低放射性水平的铅载体。

13.2 为了提高分析工作效率，可在样品源放置 5 天后测量  $\beta$  计数，记录样品源测量开始和结束时刻，确定样品源测量的中间时刻  $t_2$ ，按照附录公式 A.3 对结果进行校正。

13.3 冠醚树脂经去离子水充分洗涤 3 次以后可重复使用 3~5 次，同时可以选择低成本的阴离子交换树脂。

13.4 采用冠醚树脂（锶树脂）可实现铅-210/钋-210 联合测量，具体见附录 B。

13.5 当样品本身稳定铅含量  $> 0.3 \text{ mg/L}$  时，应进行样品自身铅含量的测定，并在计算铅的化学回收率时将其扣除。

## 附录 A

(资料性附录)

## 探测下限、铋-210 测量时间校正和不确定度

## A.1 探测下限

方法探测下限 MDC (Bq/L) 可近似表示为式 (A.1)：

$$MDC = \frac{(k_{\alpha} + k_{\beta}) \sqrt{\frac{N_b}{t_x} \left(1 + \frac{t_x}{t_b}\right)}}{60 \times Y \times E \times V} \quad (\text{A.1})$$

式中：MDC——样品中铋-210 活度浓度探测下限，Bq/L；

$k_{\alpha}$ ——与预选的错误判断放射性存在的风险几率 ( $\alpha$ ) 相应的标准正态变量的上限百分数值；

$k_{\beta}$ ——与探测放射性存在的预选置信水平 ( $1-\beta$ ) 相应的值；

$N_b$ ——仪器本底的  $\beta$  计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$t_x$ ——样品的测量时间，min；

$t_b$ ——本底的测量时间，min；

60——分钟转换为秒的系数；

$Y$ ——样品源的铅化学回收率，%；

$E$ ——仪器对铋-210 的探测效率，%；

$V$ ——分析水样的体积，L。

如果风险几率 ( $\alpha$ ) 和预选置信水平 ( $1-\beta$ ) 在同一个水平上，则  $k_{\alpha} = k_{\beta} = K$ 。不同的  $\alpha$ ， $K$  值见表 A.1。

表 A.1  $\alpha$ ， $K$  值表

$\alpha$	$1-\beta$	$K$	$2\sqrt{2}K$
0.02	0.98	2.054	5.81
0.05	0.95	1.645	4.66
0.10	0.90	1.282	3.63
0.20	0.80	0.842	2.39
0.50	0.50	0	0

若样品的计数率与本底接近且样品测量时间与本底测量时间相等，按 95% 置信水平，探测下限 MDC (Bq/L) 可近似表示为式 (A.2)：

$$MDC = \frac{4.66 \sqrt{\frac{N_b}{t_b}}}{60 \times Y \times E \times V} \quad (\text{A.2})$$

按照探测器灵敏区直径为 50 mm，测量时间为 1440 min，化学回收率为 80 % 计算，探测下限典型值见表 A.2。

表 A.2 探测下限典型值

载体来源	路数	本底计数率 ( $\text{min}^{-1}$ )	探测效率 (%)	取样量 (L)	探测下限 ( $\text{mBq/L}$ )
老铅配置	1	0.48	44.53	5.0	0.796
	2	0.40	44.51	5.0	0.727
	3	0.34	44.13	5.0	0.676
	4	0.56	43.31	5.0	0.884
	5	0.45	43.96	5.0	0.781
	6	0.45	44.41	5.0	0.773
	7	0.31	44.29	5.0	0.643
	8	0.34	43.76	5.0	0.682
优级纯硝酸铅 配置	1	1.14	44.53	5.0	1.23
	2	1.10	44.51	5.0	1.21
	3	1.14	44.13	5.0	1.24
	4	1.14	43.31	5.0	1.26
	5	0.974	43.96	5.0	1.15
	6	0.956	44.41	5.0	1.13
	7	0.918	44.29	5.0	1.11
	8	1.01	43.76	5.0	1.18

### A.2 铋-210 测量的时间校正

铋-210 测量的时间校正按照公式 (A.3) 估算：

$$C_{\text{Pb}} = \frac{N_x - N_b}{60 \times Y \times E \times V \times (1 - e^{-\lambda(t_2 - t_1)})} \quad (\text{A.3})$$

式中： $C_{\text{Pb}}$ ——水样中铅-210 的活度浓度， $\text{Bq/L}$ ；

$N_x$ ——样品源的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$N_b$ ——仪器本底的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

60——分钟转换为秒的系数；

$Y$ ——样品源的铅化学回收率，%；

$E$ ——仪器对铋-210 的探测效率，%；

$V$ ——分析水样的体积，L；

$1 - e^{-\lambda(t_2 - t_1)}$ ——铋-210 的生长因子，其中  $\lambda$  为铋-210 的衰变常数， $1.60 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ； $t_2$  为样品源测量的中间时刻； $t_1$  为洗涤液开始过柱的时刻。

### A.3 不确定度

根据计算公式，不确定度分量包括仪器测量样品源的不确定度  $u_1$ 、仪器效率刻度的不确定度  $u_2$ 、

## HJ 1323—2023

样品化学回收率的不确定度  $u_3$ 、样品取样量的不确定度  $u_4$ 。方法测量不确定度主要由仪器测量样品源的不确定度  $u_1$  贡献， $u_1$  按照公式 (A.4) 计算。

$$u_1 = \frac{\sqrt{\frac{N_x + N_b}{t_x t_b}}}{N_x - N_b} \quad (\text{A.4})$$

式中： $u_1$ ——仪器测量样品源的不确定度；

$N_x$ ——样品源的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$N_b$ ——仪器本底的 $\beta$ 计数率， $\text{min}^{-1}$ ；

$t_x$ ——样品的测量时间， $\text{min}$ ；

$t_b$ ——本底的测量时间， $\text{min}$ 。

合成标准不确定度  $u$  按照公式 (A.5) 计算：

$$u = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2} \quad (\text{A.5})$$

式中： $u$ ——合成标准不确定度；

$u_1$ ——仪器测量样品源的不确定度；

$u_2$ ——仪器探测效率的不确定度；

$u_3$ ——铅化学回收率的不确定度；

$u_4$ ——样品取样量的不确定度。

扩展不确定度  $U$  按照公式 (A.6) 计算：

$$U = ku \quad (\text{A.6})$$

式中： $U$ ——扩展不确定度；

$k$ ——包含因子，一般取2，相应的置信度约为95%；

$u$ ——合成标准不确定度。



附录 B  
(资料性附录)  
铅-210/钋-210 联测方法

### B.1 样品的制备

B.1.1 制备：量取 5 L 已酸化水样置于烧杯中，准确加入 20mg 铅载体 ( $\text{Pb}^{2+}$ ) 和 0.1Bq 钋-209 示踪剂，按照 8.1.1~8.2.2 的步骤操作。

B.1.2 洗涤：当滤液通过交换柱上端玻璃纤维与树脂交界处，依次用 20 ml 2.0 mol/L 盐酸、10 ml 1.0 mol/L 硝酸洗涤。

B.1.3 解吸钋：当洗涤溶液通过交换柱上端玻璃纤维与树脂交界处，加入 30 ml 0.1 mol/L 硝酸解吸钋，解吸液用 100 ml 烧杯接收。

B.1.4 解吸铅：当钋解吸液通过交换柱上端玻璃纤维与树脂交界处，加入 20 ml 0.05 mol/L 柠檬酸铵溶液解吸铅，解吸液用 100 ml 烧杯接收。按 8.3 分析铅-210。

B.1.5 钋的自沉积：解吸溶液 (B.1.3) 置于电热板上蒸发近干，加入 1~2 滴高氯酸，蒸干，再用 50 ml~60 ml 0.1 mol/L 盐酸溶解，滴加 2~3 滴过氧化氢，在电热板上煮沸 3 min，待溶液稍冷后，加入 2 g~3 g 抗坏血酸和 0.5 ml 25% 的盐酸羟胺，总体积约为 70 ml。

B.1.6 烧杯中置入搅拌子、支架及银片，水浴加热，自沉积 1 h~2 h。

B.1.7 取出银片，先用去离子水冲洗，再浸入无水乙醇中浸泡约 20 min，取出，用去离子水冲洗后自然晾干，在油漆面贴上样品标签，再置入 110 °C 恒温干燥箱中干燥 1 h。

B.1.8 银片置入  $\alpha$  能谱仪上连续测量 48 h。

### B.2 计算

钋-210 的活度浓度按照公式 (B.1) 计算：

$$C_{210\text{Po}} = \frac{A_x - A_b}{(A_s - A_0) \times V} \alpha_{209\text{Po}} \quad (\text{B.1})$$

式中：  $C_{210\text{Po}}$  ——水样中钋-210 的活度浓度，Bq/L；

$A_x$  ——钋-210 峰位对应感兴趣区的样品计数；

$A_b$  ——钋-210 峰位对应感兴趣区的本底计数；

$\alpha_{209\text{Po}}$  ——加入的示踪剂钋-209 的活度，Bq；

$A_s$  ——钋-209 峰位对应感兴趣区的样品计数；

$A_0$  ——钋-209 峰位对应感兴趣区的本底计数；

$V$  ——水样体积，L。