

团 体 标 准

T/ACEF 208—2025

环境空气 气溶胶中钋-210 的测定

Ambient air—Determination of polonium-210 in aerosol

(发布稿)

2025-06-20 发布

2025-06-24 实施

目 次

1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	2
7 样品	2
8 仪器的刻度	3
9 分析步骤	3
10 结果计算与表示	4
11 质量控制与质量保证	4
12 不确定度评定	4
附录 A（资料性附录）探测下限	7
参考文献	8

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国医学科学院放射医学研究所提出。

本文件由中华环保联合会归口。

本文件起草单位：中国医学科学院放射医学研究所、天津师范大学、天津市疾病预防控制中心、北京市职业病防治研究院、天津市生态环境监测中心、广东省职业病防治院、中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所、卡迪诺科技(北京)有限公司、上海怡星机电设备有限公司、内蒙古自治区疾病预防控制中心、山东省疾病预防控制中心、云南省辐射环境监督站、福建省职业病与化学中毒预防控制中心、浙江省疾病预防控制中心、云南省疾病预防控制中心、广东省职业病防治院、天津恒瑞医药有限公司、中检世标(南通)计量检测有限公司、烟台市食品药品检验检测中心、天津海关动植物与食品检测中心、有研资源环境技术研究院(北京)有限公司、防灾科技学院。

本文件主要起草人：苏锴骏、王希龙、徐颖、杨雪莹、于川、刘强、曹磊、王建宇、武权、张燕、尹亮亮、郭俊鹏、陈坚剑、哈日巴拉、翟贺争、陈雪、孙智超、柳怡、何宗良、郑琪珊、任鸿、樊芳、黄伟旭、徐一鹤、周捷、丁波、江雪欣、章骅、郭飞虎、田汉文、石长旭、周跃跃、曹桂荣、崔兴兰。

环境空气 气溶胶中钋-210 的测定

1 范围

本文件规定了环境空气气溶胶中钋-210 的测定。

本文件适用于环境空气气溶胶中钋-210 的测定。

当采样体积为 10000 m³（标准状态），测量时间为 24 小时时，本文件测定的环境空气气溶胶中钋-210 的探测下限为 1×10⁻⁷ Bq/m³，探测下限见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

HJ 61	辐射环境监测技术规范
HJ 813	水中钋-210 的分析方法
HJ 1009	辐射环境空气自动监测站运行技术规范
HJ 1149	环境空气 气溶胶中 γ 放射性核素的测定 滤膜压片 γ 能谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

气溶胶 aerosol

液体或固体微粒分散在空气中形成的相对稳定的悬浮体系。

[来源：HJ 1149-2020，3.1]

4 方法原理

气溶胶样品中加入已知量的 ²⁰⁹Po 示踪剂，利用盐酸浸取的方式提取样品中的 ²¹⁰Po，然后在盐酸体系中，使 ²¹⁰Po 和 ²⁰⁹Po 自沉积到银片或镍片或利用碲还原钋微沉积到滤膜上。将样品源在 α 能谱仪测量，测量得到 ²⁰⁹Po 和 ²¹⁰Po 的计数，计算出气溶胶样品中 ²¹⁰Po 的活度浓度。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

- 5.1 抗坏血酸 ($C_6H_8O_6$)。
- 5.2 浓盐酸 (HCl)：质量浓度 36.0%~38.0% (m/m)。
- 5.3 盐酸 (HCl)：2 mol/L。
- 5.4 氨水 ($NH_3 \cdot H_2O$)：质量浓度 25%~28% (m/m)。
- 5.5 盐酸羟胺 (NH_2HClOH) 溶液：质量浓度 20% (m/m)。
- 5.6 二水合柠檬酸三钠 ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$) 溶液：质量浓度 25% (m/m)。
- 5.7 无水乙醇 (C_2H_5OH)：含量不少于 99.5% (m/m)。
- 5.8 ^{209}Po 标准溶液：0.1~0.3 Bq/g，2 mol/L 盐酸体系。
- 5.9 碲酸 (H_6TeO_6)。
- 5.10 异丙醇 (C_3H_8O)。
- 5.11 三氯化钛溶液 ($TiCl_3$)。
- 5.12 混合电镀 α 面源：直径 25 mm，通常由 ^{234}U 、 ^{238}U 、 ^{239}Pu 、 ^{241}Am 四种组成。
- 5.13 滤膜：0.45 μm 孔径，醋酸纤维膜或混合纤维膜。
- 5.14 pH 试纸：pH=0.5~5.5。
- 5.15 银片或镍片：厚度 0.15~0.2 mm，直径 25 mm。使用前须将银片或镍片其中一面用水砂纸抛光，另一面涂上油漆或用胶带封住，清水冲洗干净后晾干待用。
- 5.16 0.1 μm 孔径滤膜。

6 仪器和设备

- 6.1 α 能谱仪，本底小于 1cph。
- 6.2 分析天平，感量 0.1 mg。
- 6.3 磁力加热搅拌器：转速 200~1500 转/分钟，控温范围 0~100℃。
- 6.4 12 孔真空箱。
- 6.5 可拆卸过滤器：直径 25 mm。
- 6.6 恒温鼓风干燥箱：控温范围 0~150℃。
- 6.7 恒温水浴锅：控温精度 $\leq \pm 1.0^\circ C$ 。
- 6.8 一般实验室常备仪器和设备。

7 样品

采样前准备、样品采集、样品运输与保存，应符合 HJ 1149 的相关规定。

注意：建议样品采集体积大于 1000 m^3 ，样品采集后应尽快进行分析。

8 仪器的刻度

8.1 能量刻度

使用混合电镀 α 面源（5.12）对 α 能谱仪进行能量刻度，结果保存。

8.2 效率刻度

使用混合电镀 α 面源（5.12）对 α 能谱仪进行效率刻度，取平均值作为仪器效率值。

9 分析步骤

9.1 样品前处理

样品从滤膜保存带取出，然后将其放置在不超过 80℃ 的恒温鼓风干燥箱（6.6）中烘干至恒重。

9.2 样品制备

样品制备可以选用自沉积法或微沉积法。

9.2.1 自沉积法制备样品源应符合以下规定：

a) 将待测样品剪成碎片（约 0.3 mm*0.3 mm 大小），加入一定量的已知活度（0.1~0.3 Bq/g）的 ^{209}Po 标准溶液（5.8），加入 20 mL 浓盐酸（5.2），在 90~100℃ 恒温水浴锅（6.7）中加热浸取 1 小时，利用可拆卸过滤器（6.5）经过 0.45 μm 孔径的滤膜（5.13）过滤，收集滤液，再用上述方法重新浸取滤渣 1 次，将所有收集的滤液合并到聚四氟乙烯烧杯中；

b) 将上述聚四氟乙烯烧杯放置在磁力加热搅拌器（6.3），在烧杯中放入磁子，边搅拌边缓慢滴加氨水（5.4），调节 pH=0.5~1（用精密 pH 试纸（pH=0.5~5.5）（5.14）测定）；

c) 往上述溶液（b）中依次加入抗坏血酸（>0.3 g）（5.1）、1 mL 20% 盐酸羟胺（5.5）、1 mL 25% 二水合柠檬酸三钠（5.6）；

d) 然后进行加热和搅拌，加热温度不得超过 90℃，将镍片或银片（5.15）完全置于液面以下，自沉积 3~4 h；

e) 取出镍片或银片，用滴管分别吸取去离子水和无水乙醇（5.7）冲洗沉积后的镍片或银片，自然晾干并在样品背面标记好样品信息，待测。

9.2.2 微沉积法制备样品源应符合以下规定：

a) 同 9.2.1；

b) 往上述聚四氟乙烯烧杯中加入 100 μg 碲酸（5.9）和 5 mL 异丙醇（5.10），摇匀。然后加入 1 mL 三氯化钛溶液（5.11），摇匀，静置 30 分钟。然后过滤，沉淀收集在 0.1 μm 的滤膜上（5.16），再分别用少量的去离子水和无水乙醇（5.7）洗涤容器；

c) 取出滤膜，将滤膜粘贴在直径为 25 mm 的不锈钢片上。自然晾干并在样品背面标记好样品信息，待测。

9.3 空白试验

9.3.1 定期进行空白实验；每当更换试剂时，应进行空白实验；每批样品分析时，应进行空白实验。

9.3.2 空白样品的数目不应少于样品分析总数的 5%。

9.3.3 空白试验的步骤如下：

a) 取相同质量的空白滤膜按 9.2.1 或 9.2.2 条规定的程序完成实验，在 α 能谱仪上测量空白样的总计数；

b) 计算空白试样计数平均值和标准偏差，并检验其与仪器本底计数在 95%置信水平下是否有显著性差异。

9.4 样品测量

将制备好的样品源置入 α 能谱仪上连续测量，记录测量时间、样品源中 ^{210}Po 和 ^{209}Po 的总计数。

注意：样品源的测量位置应与刻度源的测量位置一致，测量时间的长短根据样品总计数进行判断。

10 结果计算与表示

在计算 ^{210}Po 峰位对应感兴趣区内净计数率时，应先减去本底的计数率。气溶胶样品中 ^{210}Po 的活度浓度可以按照下式计算：

$$A_0 = A_1 \times \frac{N_0}{N_1 V} \dots\dots\dots (1)$$

式中： A_0 ——气溶胶中 ^{210}Po 的活度浓度， Bq/m^3 ；

A_1 ——加入示踪剂 ^{209}Po 的活度， Bq ；

N_0 ——待测样品中 ^{210}Po 峰位对应感兴趣区内净计数率， s^{-1} ；

N_1 ——待测样品中 ^{209}Po 峰位对应感兴趣区内净计数率， s^{-1} ；

V ——标准状态下的采样体积， m^3 。

11 质量控制与质量保证

11.1 仪器在检定的有效周期内使用。

11.2 刻度用标准混合电镀面源每年自检 1 次。

11.3 ^{209}Po 示踪剂标准溶液每年核查 1 次。

11.4 定期进行空白试验，每当更换试剂时必须进行空白试验。

12 不确定度评定

根据公式，不确定度分量包括仪器测量的不确定度 u_1 ，示踪剂活度不确定 u_2 ，样品取样的不确定 u_3 。即：

$$u = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} \dots\dots\dots (2)$$

12.1 仪器测量的不确定度 u_1

$$u_1 = \sqrt{u_{11}^2 + u_{12}^2} \dots\dots\dots (3)$$

12.1.1 ^{210}Po 净计数率 N_0 的不确定度 u_{11}

$$u_{11} = \frac{\sqrt{\frac{n_0 + n_b}{t_0 + t_b}}}{n_0 - n_b} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

t_0 ——待测样品测量时间, s;

t_b ——本底测量时间, s;

n_0 ——待测样品中 ^{210}Po 峰位对应的感兴趣区内的计数率, s^{-1} ;

n_b ——本底中 ^{210}Po 峰位对应的感兴趣区内的计数率, s^{-1} 。

12.1.2 ^{209}Po 净计数率 N_1 的不确定度 u_{12}

$$u_{12} = \frac{\sqrt{\frac{n_1 + n_{b1}}{t_0 + t_b}}}{n_1 - n_{b1}} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

t_0 ——待测样品测量时间, s;

t_b ——本底测量时间, s;

n_1 ——待测样品中 ^{209}Po 峰位对应的感兴趣区内的计数率, s^{-1} ;

n_{b1} ——本底中 ^{209}Po 峰位对应的感兴趣区内的计数率, s^{-1} 。

12.2 示踪剂 ^{209}Po 放射性活度的不确定度 u_2

气溶胶样品中加入 ^{209}Po 活度的计算公式如下:

$$A_1 = a_1 \times m_1 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

a_1 —— ^{209}Po 标准溶液的活度浓度, Bq/g;

m_1 ——加入 ^{209}Po 标准溶液的质量, g。

12.2.1 示踪剂 ^{209}Po 放射性活度的不确定度由标准源活度证书给出, 其扩展不确定度为 U_s , 扩展系数为 k , 可以按照下式计算 u_{21} :

$$u_{21} = \frac{U_s}{k} \dots\dots\dots (7)$$

12.2.2 称取 ^{209}Po 标准溶液的不确定度 u_{22}

$$u_{22} = u_{rel(m)} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{\sqrt{3} \cdot m_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{\sqrt{3} \cdot m_1}\right)^2} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_0 ——滤膜质量, g;

m_1 ——滤膜+ ^{209}Po 质量, g;

Δm ——天平最大允许误差, g。

示踪剂 ^{209}Po 活度不确定 u_2 可以按照下式计算:

$$u_2 = \sqrt{u_{21}^2 + u_{22}^2} \dots \dots \dots (9)$$

式中:

u_{21} —— ^{209}Po 标准溶液活度浓度的不确定度;

u_{22} ——分析天平称取 ^{209}Po 标准溶液的不确定度。

12.3 采样体积的相对标准不确定度 u_3

采样体积的不确定度由仪器检定校准证书给出, 其扩展不确定度为 U_V , 扩展系数为 k , 可以按照下式计算 u_3 :

$$u_3 = \frac{U_V}{k} \dots \dots \dots (10)$$

12.4 不确定度计算

由 12.1~12.3 可知, 合成标准不确定度 u 可以由下式给出:

$$u = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2} \dots \dots \dots (11)$$

扩展不确定度 U , 可由下式给出: $U = u \times k$, $k=2$

附录 A

(资料性附录) 探测下限

本文件的探测下限是置信度为 95% 时, 样品中 ^{210}Po 活度浓度的探测下限, 按照公式 (A.1) 计算:

$$LLD = \frac{4.66 \times \sqrt{\frac{n_b}{t_b}}}{Y \times E \times V} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

LLD ——置信度为 95% 时, 待测样品中 ^{210}Po 活度浓度的探测下限, Bq/m^3 ;

n_b ——本底中 ^{210}Po 峰位对应的感兴趣区内的计数率, s^{-1} ;

t_b ——本底测量时间, s ;

V ——标准状态下的采样体积, m^3 ;

Y ——化学回收率;

E —— ^{210}Po 的探测效率。

当采样体积为 10000 m^3 (标准状态), 测量时间为 240000 秒, 化学回收率为 80%, 探测效率为 15% 时, 本文件测定的 ^{210}Po 活度浓度的探测下限可达 $1 \times 10^{-7} \text{ Bq}/\text{m}^3$ 。

参 考 文 献

- [1] HJ 61—2021 辐射环境监测技术规范.
- [2] HJ 813—2016 水中钋-210 的分析方法.
- [3] HJ 1009—2019 辐射环境空气自动监测站运行技术规范.
- [4] HJ 1149—2020 环境空气 气溶胶中 γ 放射性核素的测定 滤膜压片 γ 能谱法.
- [5] Song L, Ma Y, Wang Y, et al. Method of polonium source preparation using tellurium microprecipitation for alpha spectrometry. *Analytical Chemistry*, 2017, 89(24): 13651-13657.
-