



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1429—2025

核设施液态流出物 总β放射性测量 标准曲线法

Determination of gross beta in liquid effluent of nuclear facilities
— Standard curve method

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2025-12-24发布

2026-01-01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	2
7 样品	2
8 标准曲线	3
9 分析步骤	4
10 结果计算与表示	4
11 准确度	5
12 质量控制	6
13 废物管理	6
14 注意事项	6

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》《中华人民共和国核安全法》，规范核设施液态流出物总 β 放射性活度浓度的测量方法，制定本标准。

本标准规定了标准曲线法测量核设施液态流出物总 β 放射性活度浓度的方法。

本标准为首次发布。

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：浙江省辐射环境监测站（生态环境部辐射环境监测技术中心）。

本标准验证单位：中国辐射防护研究院、广西壮族自治区辐射环境监督管理站、新疆维吾尔自治区核与辐射安全中心、中核核电运行管理有限公司、辽宁红沿河核电有限公司、山东核电有限公司。

本标准生态环境部 2025 年 12 月 24 日批准。

本标准自 2026 年 1 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。

核设施液态流出物 总β放射性测量 标准曲线法

警告：实验中使用的硝酸和放射性物质具有腐蚀性、毒性和放射性，整个实验过程应在放射性测量实验室完成，样品前处理应在通风柜内进行，操作时应佩戴防护器具，避免吸入呼吸道和接触皮肤、衣物。

1 适用范围

本标准规定了标准曲线法测量核设施液态流出物总 β 放射性活度浓度的方法。

本标准适用于核设施液态流出物总 β 放射性活度浓度的测量。

方法探测下限取决于测量仪器的计数效率、本底计数率、测量时间和用于测量的样品体积，典型条件下，探测下限可达 0.66 Bq/L。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

GB 8999 电离辐射监测质量保证通用要求

GB 11217 核设施流出物监测的一般规定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11682 低本底 α 和/或 β 测量仪

GB/T 26497 电子天平

HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

3.1

总 β 放射性活度浓度 gross beta radioactivity concentration

指本标准规定的制样条件下，核设施液态流出物中不挥发的 β 放射性核素活度浓度的总和，不包括 ${}^3\text{H}$ 、 ${}^{14}\text{C}$ 的活度浓度。

3.2

质量厚度 mass thickness

单位面积样品盘中的残渣的质量，单位： mg/cm^2 。

3.3

核设施液态流出物 liquid effluent of nuclear facilities

核设施排入环境并可在环境中得到稀释的含放射性核素的液态流。

4 方法原理

以硫酸钙为载体, 将核设施液态流出物样品直接蒸发浓缩在样品盘中, 然后于 105℃ 烘干, 制成样品质量小于“最小取样量”的均匀的样品源, 在低本底 α/β 测量仪上测量总 β 计数率。

仪器对总 β 的计数效率与测量样品的质量厚度有关, 随着样品质量厚度的增加, 计数效率不断降低。用已知总 β 放射性活度浓度的标准溶液, 以硫酸钙为载体, 制备成一系列不同质量厚度的标准源, 刻度仪器的总 β 计数效率, 绘制质量厚度-总 β 计数效率曲线。

将样品源在相同几何条件下测量总 β 计数率, 由样品源的质量厚度在质量厚度-总 β 计数效率曲线上查出对应的计数效率, 计算核设施液态流出物总 β 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的分析纯试剂, 实验用水的级别不低于 GB/T 6682 二级水或同等纯度的水。

5.1 硝酸 (HNO_3): 质量分数 65%~68%。

5.2 硝酸溶液 (HNO_3): 1+1。

量取 100 mL 硝酸 (5.1), 稀释至 200 mL。

5.3 硫酸钙 ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$): 优级纯。

5.4 硫酸钙溶液: $\rho(\text{CaSO}_4) = 2 \text{ mg/mL}$ 。

称取 0.25 g 硫酸钙 (5.3) 于 150 mL 烧杯中, 依次加入 80 mL 去离子水、1 mL 硝酸溶液 (5.2), 搅拌, 使其溶解, 移至 100 mL 容量瓶中, 加去离子水定容至刻度线。

5.5 ^{137}Cs 标准溶液: 活度浓度值 10~20 Bq/g。

5.6 样品盘: 能抗试剂腐蚀的金属制品, 要与仪器内放置测量盘的托架相匹配, 样品盘的直径应小于探测器灵敏区的直径。

6 仪器和设备

6.1 低本底 α/β 测量仪: 应符合 GB/T 11682 规定的 II 级及以上要求。

6.2 分析天平: 符合 GB/T 26497 的要求, 分度值为 0.1 mg。

6.3 红外灯。

6.4 电热恒温干燥箱。

6.5 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集和保存

7.1.1 核设施液态流出物采样方法按 GB 11217 规定执行。采样容器用聚乙烯瓶, 采样量 10 mL。采样点应设置在液态流出物取样口。

7.1.2 样品保存按 HJ 493 的规定执行。样品采集后用硝酸 (5.1) 酸化至 pH 1~2, 盖紧瓶盖。样品采集后, 应尽快分析测量, 样品保存期不超过 1 个月。

7.2 样品的前处理

7.2.1 样品源的制备

- 7.2.1.1 在 50 mL 烧杯中依次加入 10 mL 样品 (7.1.2) 和 4 mL 硫酸钙溶液 (5.4)。
- 7.2.1.2 在分析天平 (6.2) 上称重恒重过的样品盘 (5.6)。
- 7.2.1.3 取部分溶液 (7.2.1.1) 加入样品盘 (7.2.1.2) 中, 样品应覆盖样品盘底部, 在红外灯下蒸发至干。
- 7.2.1.4 加入剩余溶液 (7.2.1.1), 重复 7.2.1.3 步骤, 直至溶液 (7.2.1.1) 全部蒸干浓缩于样品盘中。
- 7.2.1.5 用少量去离子水洗涤烧杯 3 次, 将洗液一并加入样品盘中蒸干。
- 7.2.1.6 将样品盘 (7.2.1.5) 移入培养皿中在电热恒温干燥箱中 (6.4) 105°C 烘干, 在分析天平 (6.2) 上称重, 重复在电热恒温干燥箱中 (6.4) 105°C 烘干, 称重, 直至恒重。测量前将样品源放在干燥器中保持干燥。样品盘中残渣量的质量厚度可用公式 (1) 计算。

$$t = \frac{m_2 - m_1}{S} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

t —样品盘中残渣量的质量厚度, mg/cm^2 ;

m_1 —样品盘的质量, mg ;

m_2 —样品盘+残渣的质量, mg ;

S —样品盘的面积, cm^2 。

7.2.2 空白试样的制备

在样品盘 (7.2.1.2) 中加入 4 mL 硫酸钙溶液 (5.4), 使硫酸钙溶液覆盖样品盘底部, 在红外灯下蒸发至干, 将其放入培养皿中, 在电热恒温干燥箱中 (6.4) 105°C 烘干, 在分析天平 (6.2) 上称重。重复在电热恒温干燥箱中 (6.4) 105°C 烘干, 称重, 直至恒重。测量前将空白试样放在干燥器中保持干燥。

8 标准曲线

8.1 标准溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中加入约 2 g (准确至 0.000 1 g) ^{137}Cs 标准溶液 (5.5), 用硫酸钙溶液 (5.4) 定容至刻度线, 得总 β 标准溶液。总 β 标准溶液活度浓度用公式 (2) 计算。

$$A_t = \frac{A \times m}{100} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中:

A_t —总 β 标准溶液活度浓度, Bq/mL ;

A — ^{137}Cs 标准溶液活度浓度, 其活度浓度由标准物质证书给出, Bq/g ;

m — ^{137}Cs 标准溶液重量, g ;

100—容量瓶体积, mL 。

8.2 标准源的制备

分别吸取 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL、30 mL 总 β 标准溶液 (8.1), 加入样品盘 (7.2.1.2) 中 (如标准溶液不够完全覆盖样品盘底部, 可添加适量去离子水), 依次按照 7.2.1.3、7.2.1.4 的操作, 待标准溶液蒸干后, 将样品盘放在培养皿中, 在电热恒温干燥箱中 (6.4) 105°C 烘干, 在分析天平 (6.2)

上称重。重复在电热恒温干燥箱中（6.4）105℃烘干，称重，直至恒重。测量前将标准源放在干燥器中保持干燥。

8.3 标准曲线绘制

将制备好的一系列标准源（8.2）分别置于低本底 α/β 测量仪上，测量总 β 计数率。总 β 计数效率用公式（3）计算。

式中：

$\varepsilon_{\beta i}$ ——加入体积为 i mL 总 β 标准溶液对应的总 β 计数效率, $\text{s}^{-1} \cdot \text{Bq}^{-1}$, 下同;

n_{si} ——标准源总 β 计数率, s^{-1} ;

n_0 ——本底总 β 计数率, s^{-1} ;

A_1 ——总 β 标准溶液活度浓度, Bq/mL;

V_i —总 β 标准溶液体积, mL。

以低本底 α/β 测量仪的总 β 计数效率为纵坐标, 以与之相对应的标准源质量厚度为横坐标, 绘制低本底 α/β 测量仪质量厚度与总 β 计数效率的标准曲线, 或线性拟合经验公式。

9 分析步骤

9.1 仪器本底计数率的测量

取未使用过、无污染的样品盘(5.6)清洗后烘干,定期在低本底 α/β 测量仪(6.1)上测量仪器的本底总 β 计数率,确定仪器的本底稳定性。

9.2 空白试样的测量

将空白试样（7.2.2）在低本底 α/β 测量仪（6.1）上测量总 β 计数率。空白试样总 β 计数率应保持在仪器本底总 β 平均计数率的 3 倍标准偏差范围内，否则应更换硫酸钙（5.3）或采用空白试样的总 β 计数率代替仪器本底总 β 计数率。

9.3 样品源计数率的测量

将样品源（7.2.1）放在低本底 α/β 测量仪（6.1）上，测量总 β 计数率。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

核设施液态流出物中总 β 计数效率用公式 (4) 进行计算, 总 β 放射性活度浓度用公式 (5) 进行计算。若测量仪器可同时测量 α 和 β 计数率, 且 α 射线对 β 道的串道比不能忽略, 核设施液态流出物中总 β 放射性活度浓度用公式 (6) 进行计算。

式中：

ε_{β} ——与样品源质量厚度相对应的总 β 计数效率, $\text{s}^{-1} \cdot \text{Bq}^{-1}$;

t—样品盘中残渣量的质量厚度, mg/cm²;

a——标准曲线的截距；

b——标准曲线的斜率。

式中：

A_{β} ——核设施液态流出物总 β 放射性活度浓度, Bq/L;

n_x ——样品源总 β 计数率, s^{-1} ;

n_0 ——本底总 β 计数率, s^{-1} ;

ε_{β} ——与样品源质量厚度相对应的总 β 计数效率, $\text{s}^{-1} \cdot \text{Bq}^{-1}$;

V——用于测量的样品体积, L。

$$A_\beta = \frac{n_x - n_0 - \eta_{\alpha\beta} \times n_\alpha}{\epsilon_\beta V} \dots \dots \dots \quad (6)$$

式中：

$\eta_{\alpha\beta}$ ——仪器测量纯 α 标准物质时, α 射线对 β 道的串道比;

n_α ——样品源总 α 计数率, s^{-1} ;

其他符号与公式(5)相同。

10.2 方法探测下限

本方法探测下限可用公式 (7) 计算:

式中：

MDC——液态流出物总 β 放射性活度浓度探测下限, Bq/L;

ε_{β} ——与样品源质量厚度相对应的总 β 计数效率, $\text{s}^{-1} \cdot \text{Bq}^{-1}$;

V——用于测量的样品体积, L;

n_0 ——本底总 β 计数率, s^{-1} ;

t_0 ——本底测量时间, s。

使用公式(7)计算探测下限的前提为:待测样品和本底测量时间相等,采用泊松分布标准差,统计置信水平取95%。

10.3 结果表示

当测量结果 <1 Bq/L 时, 保留小数点后 2 位; 当测量结果 ≥ 1 Bq/L 时, 保留 3 位有效数字。

11 准确度

11.1 精密度

六家实验室对核设施液态流出物总 β 放射性活度浓度分别为 1.66 Bq/L, 12.2 Bq/L, 106 Bq/L 的统一样品进行了 6 次重复测量:

实验室相对标准偏差分别为: (6.74%~21.6%) $_{1.66 \text{ Bq/L}}$, (3.56%~8.88%) $_{12.2 \text{ Bq/L}}$, (1.01%~5.77%) $_{106 \text{ Bq/L}}$;

实验室间相对标准偏差分别为: 7.23% $_{1.66 \text{ Bq/L}}$, 5.25% $_{12.2 \text{ Bq/L}}$, 3.51% $_{106 \text{ Bq/L}}$;

重复性限分别为: 0.61 Bq/L $_{1.66 \text{ Bq/L}}$, 2.10 Bq/L $_{12.2 \text{ Bq/L}}$, 11.6 Bq/L $_{106 \text{ Bq/L}}$;

再现性限分别为: 0.64 Bq/L $_{1.66 \text{ Bq/L}}$, 2.60 Bq/L $_{12.2 \text{ Bq/L}}$, 14.8 Bq/L $_{106 \text{ Bq/L}}$ 。

11.2 正确度

11.2.1 有证标准物质测量

六家实验室对总 β 放射性活度浓度分别为 2.17 Bq/L, 10.7 Bq/L, 110 Bq/L 的有证标准物质进行了 6 次重复测量:

相对误差分别为: (0%~20.3%) $_{2.17 \text{ Bq/L}}$, (0.93%~10.4%) $_{10.7 \text{ Bq/L}}$, (0%~8.18%) $_{110 \text{ Bq/L}}$;

相对误差均值分别为: (6.38% \pm 15.2%) $_{2.17 \text{ Bq/L}}$, (5.53% \pm 8.22%) $_{10.7 \text{ Bq/L}}$, (3.18% \pm 6.68%) $_{110 \text{ Bq/L}}$ 。

11.2.2 加标回收率测量

六家实验室对总 β 放射性活度浓度加标量分别为 1.09 Bq/L, 4.70 Bq/L, 30.0 Bq/L 的核设施液态流出物样品进行了 6 次重复测量:

加标回收率分别为: (80.0%~113%) $_{1.09 \text{ Bq/L}}$, (93.6%~119%) $_{4.70 \text{ Bq/L}}$, (90.0%~110%) $_{30.0 \text{ Bq/L}}$;

加标回收率最终值分别为: (94.3% \pm 24.8%) $_{1.09 \text{ Bq/L}}$, (107% \pm 20.2%) $_{4.70 \text{ Bq/L}}$, (99.3% \pm 15.1%) $_{30.0 \text{ Bq/L}}$ 。

12 质量控制

12.1 平行样的测量比例和空白样的测量频次按 GB 8999 执行, 有条件的可开展加标样测量。对于大于探测下限的样品, 平行双样测量结果相对偏差应 \leq 30%, 加标回收率一般应在 80%~120% 之间。

12.2 计量器具(含标准物质)须定期检定(或校准), 在检定(或校准)周期内应定期作期间核查。

12.3 标准曲线应定期绘制。当试剂更换、环境条件发生变化或期间核查发现异常时, 应重新绘制。

13 废物管理

实验中产生的放射性废液或固体废物应集中收集, 统一保管, 做好相应的标识, 返回处理。

14 注意事项

14.1 放射性液态流出物样品采集、运输, 需按照相关单位辐射防护管理要求做好防沾污, 进入控制区时穿戴专用实验服、实验鞋与手套等防护用品。

14.2 分析测量人员在接触流出物样品或进入放射性测量实验室时应做好辐射防护。在分析测量过程中应注意防止样品之间交叉污染。

14.3 核设施液态流出物前处理必须在负压通风柜内进行, 减少氚对实验室的污染。