

方法验证报告模板

生活饮用水标准检验方法第 13 部分：放射性指标

GB/T 5750.13-2023

方法验证/确认报告

项目： 水中总 $\alpha$ 、总 $\beta$ 放射性检测

方法： 厚源法

验证人员：

日期：

审核人员：

日期：

批准人员：

日期：



### 1、目的

对水中的放射性指标检测方法进行验证，确保方法可行性，以便为有效评价水中总 $\alpha$ 放射性活度浓度、总 $\beta$ 放射性活度浓度提供依据。

### 2、适用范围

本规程适用于生活饮用水/或水源水中 $\alpha$ 放射性核素（不包括在本文件规定条件下具有挥发性的核素）的总 $\alpha$ 放射性活度、 $\beta$ 放射性核素（不包括本文件规定下具有挥发性的核素）的总 $\beta$ 放射性活度浓度、铀的质量浓度和  $^{226}\text{Ra}$  的活度浓度。测定含盐水和矿化水的总 $\alpha$ 放射性、总 $\beta$ 放射性、铀和  $^{226}\text{Ra}$  参照使用。

### 3、检测原理

将水样酸化,蒸发浓缩,转化为硫酸盐,蒸发至硫酸冒烟完毕,于  $350^{\circ}\text{C}$  灼烧。残渣转移至样品盘中制成样品源后,立即进行 $\alpha$ 计数测量。通过测量 $\alpha$ 标准源校准计算水中总 $\alpha$ 放射性的活度浓度,本方法厚源法 4.1.8.3。本方法的探测下限取决于水样所含无机盐量、仪器的计数效率、本底计数率、计数时间等多种因素,约为  $0.02\text{ Bq/L}$ 。

### 4、实验室基本情况

表 4-1 参加验证人员情况登记表

姓名	性别	职称	所学专业	从事相关分析工作年限

表 4-2 使用仪器情况登记表

仪器名称	仪器编号	型号、厂家	性能状况
			计量/校准状态
低本底 $\alpha/\beta$ 测量仪	A440	FYFS-400X、方圆科技	校准合格 2023.7.5-2025.7.4

表 4-3 使用试剂情况登记表

名称	生产厂家	规格
硝酸	国药集团化学试剂有限公司	GR $\times$ 500mL
硫酸	广东汕头西陇化工厂	GR $\times$ 500mL
硫酸钙	大茂	GR $\times$ 500g
$^{241}\text{Am}$ 标准粉末	中国原子能科学研究院	5g
$^{40}\text{K}$ 标准粉末	中国原子能科学研究院	5g
无水乙醇	天津光复科技发展有限公司	AR $\times$ 500mL

### 5、验证步骤、验证程序

#### 5.1 本底测量

按 GB/T 5750.13-2023 4.1.8.4 进行测量。

#### 5.2 试剂样品预处理

分别取一定量的  $^{241}\text{Am}$   $\alpha$ 标准源粉末、 $^{40}\text{K}$   $\beta$ 标准源粉末,研磨成细粉,经  $350^{\circ}\text{C}$  烘干半小时取出,干燥器内冷却 2 小时备用。水样按每 1L 水加 20mL 硝酸酸化,并预实验微沸蒸发得到无机盐含量。

#### 5.3 样品处理

按 GB/T 5750.13-2023 4.1.6 生活饮用水标准检验方法第 13 部分:放射性指标水样的操作程序制备试样,后按 GB/T 5750.13-2023 4.1.7 进行样品源的制备。

#### 5.4 双通道 $\alpha$ 、 $\beta$ 本底

依据《生活饮用水标准检验方法 GB/T 5750-2023》第 13 部分 放射性指标 4.1.8.1.4 进行测量得到本底值

表 5-1 双通道本底值

编号	$\alpha 1$	$\beta 1$	$\alpha 2$	$\beta 2$
$n_b$ (cps)	0.00025	0.029	0.00046	0.025

#### 5.5 方法的探测下限

依据《生活饮用水标准检验方法 GB/T 5750-2023》第 13 部分 放射性指标 4.1.10 进行测量计算获得探测限。

表 5-2 样品探测限

编号	$\alpha 1$	$\beta 1$	$\alpha 2$	$\beta 2$
$C_m$ (Bq/L) 探测限	0.008	0.020	0.011	0.017

#### 5.6 精密度实验

取 2 份不同活度的水样品，完成前处理制样后，分别测量 6 次，统计多次测量结果并计算相对标准偏差：

平行号		试样			
		$\alpha 1$	$\beta 1$	$\alpha 2$	$\beta 2$
测定结果 (Bq/L)	1	0.154	0.298	0.237	0.489
	2	0.143	0.274	0.224	0.476
	3	0.138	0.265	0.228	0.481
	4	0.149	0.288	0.247	0.456
	5	0.156	0.292	0.245	0.450
	6	0.140	0.261	0.230	0.448
平均值(Bq/L)		0.147	0.280	0.235	0.467
标准偏差 (Bq/L)		0.007	0.015	0.009	0.018
相对标准偏差 RSD%		5.096	5.431	4.002	3.750

#### 5.7 加标回收试验

$\alpha 1$  标准粉末源 0.1933 g (含 2.00 Bq)

$\beta 1$  标准粉末源 0.1231 g (含 1.79 Bq),

$\alpha 2$  标准粉末源 0.1933 g (含 2.00 Bq)

$\beta$ 2 标准粉末源 0.1231 g (含 1.79 Bq),

与待测样品同时处理并测量总 $\alpha$ 、总 $\beta$ 放射性。

表 5-3 总 $\alpha$ 、总 $\beta$ 放射性加标回收率表

测量对象	样品值 (Bq)	加标值 (Bq)	加标样品值 (Bq)	回收率 (%)
样品总 $\alpha$ 1	0.020	2.000	1.814	89.7
样品总 $\alpha$ 1	0.019	2.000	1.775	87.8
样品总 $\alpha$ 1	0.021	2.000	1.904	94.2
样品总 $\alpha$ 2	0.034	2.000	1.897	93.2
样品总 $\alpha$ 2	0.030	2.000	1.799	88.5
样品总 $\alpha$ 2	0.029	2.000	1.743	85.7
样品总 $\beta$ 1	0.044	1.790	1.869	102.0
样品总 $\beta$ 1	0.040	1.790	1.803	98.5
样品总 $\beta$ 1	0.045	1.790	1.816	98.9
样品总 $\beta$ 2	0.114	1.790	1.884	98.9
样品总 $\beta$ 2	0.106	1.790	1.945	102.7
样品总 $\beta$ 2	0.110	1.790	1.830	96.1

### 5.8 不确定度分析

以 1 路  $\beta$  测量来分析不确定度, 计数效率的不确定由计数统计误差和放射源活度不确定度决定; 回收率的不确定度由计数统计误差、放射源活度不确定度和计数效率不确定度决定; 最终结果活度浓度的不确定度由水样残渣的质量(W)、与水样质量厚度相对应的仪器  $\beta$  计数效率  $\epsilon_{\beta}$ 、放射性回收率(F)、称取的水残渣质量(m)和水样体积(V)决定。

表 5-4 计数效率不确定分析  $u_{B,2}$

本底测量时间 (s)	本底计数率 ( $s^{-1}$ )	$\beta$ 源测量时间 (s)	$\beta$ 源计数率 ( $s^{-1}$ )	$\beta$ 源不确定度 (%)	计数效率不确定 $u_{B,2}$ (%)
60000	0.029	24000	0.889	4.0	4.06

表 5-5 回收率不确定分析  $u_{B,3}$

本底测量时间 (s)	本底计数率 ( $s^{-1}$ )	回收 $\beta$ 源测量时间 (s)	回收 $\beta$ 源计数率 ( $s^{-1}$ )	$\beta$ 源不确定度 (%)	回收率不确定 $u_{B,3}$ (%)
60000	0.029	24000	0.636	4.0	4.15

表 5-6 计数统计不确定分析  $u_A$

本底测量时间 (s)	本底计数率 ( $s^{-1}$ )	样品测量时间 (s)	样品计数率 ( $s^{-1}$ )	计数统计不确定 $u_A$ (%)

60000	0.029	24000	0.325		1.26
-------	-------	-------	-------	--	------

表 5-7 浓度合成不确定分析  $u_C$

总残渣量 (mg)	称取的残渣量 (mg)	分析天平的半宽度 (mg)	总残渣的不确定 $u_{B,1}$ (%)	称取的残渣不确定度 $u_{B,4}$ (%)	水样体积 (L)	量筒的半宽度 (mL)	水样体积的不确定度 $u_{B,5}$ (%)	合成不确定度 $u_C$ (%)
354.8	160.0	0.05	0.01	0.02	2.0	2.5	0.07	5.94

扩展不确定度  $U=kU_C=12\%$

## 6、验证结论

6.1 本实验样品的检出限均小于或等于生活饮用水标准检验方法第 13 部分 GB/T 5750.13-2023 探测下限，符合要求。

6.2 本实验的 $\alpha$ 加标回收率均 85%~95%之间， $\beta$ 加标回收率在 95%~105%之间。

6.3 通过实际样品检测、空白实验、重复性实验、加标实验及不确定度分析，检验人员均已充分理解生活饮用水标准检验方法 GB/T 5750-2023 第 13 部分 放射性指标的操作程序方法要求、步骤、熟悉检测仪器，已具备该项目的检测能力。