



中华人民共和国国家标准

GB/T 17947—2000
eqv ISO 11932:1996

拟再循环、再利用或作非放射性 废物处置的固体物质的放射性活度测量

Activity measurements of solid materials considered for
recycling re-use, or disposal as non-radioactive waste

2000-01-03 发布

2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

目 次

前言	Ⅲ
ISO 前言	Ⅳ
引言	V
1 范围	1
2 引用标准	1
3 定义	1
4 清洁解控有关的放射性活度测量的要求	2
4.1 总则	2
4.2 表面污染测量	2
4.2.1 应考虑放射性核素	2
4.2.2 测定表面污染的方法	3
4.3 比活度测量	5
4.3.1 总则	5
4.3.2 测量技术	5
4.4 采样方法	6
附录 A(标准的附录) β 表面污染测量图	8
附录 B(标准的附录) ^{55}Fe 和 ^{63}Ni 的低水平放射性活度测量	9
附录 C(提示的附录) 参考资料	14

前 言

本标准等效国际标准 ISO 11932:1996《拟再循环、再利用或作非放射性废物处置的固体物质的放射性活度测量》而编写的。在技术内容上与该国际标准等效,编写规则与之等同。

我国和世界各国都非常关注核设施运行和退役产生的清洁解控的物质,由于这些物质的量较大,且这些物质可能从一个国家进入另一个国家,需要采用统一的放射性活度测量的原则和方法,因而本标准等效采用国际标准。

本标准对国际标准 ISO 11932:1996 的少数内容略加改变,其改变的主要内容是:在国际标准 ISO 11932:1996 的引用标准中列出了 12 项 ISO 标准和 IEC 标准。其中有 3 项 ISO 标准(ISO 11929-1、ISO 11929-2 和 ISO 11929-3)还没有发布,另有 1 项 ISO 标准(ISO 7503-3:1996)刚刚发布,我国还没有采用它来制定相应的国家标准。因此,这 4 项标准没有列在本标准的引用标准中,而列在附录 C(提示的附录)中,并对正文中提及这 4 项标准之处作了相应的文字修改。另外,鉴于活度、比活度、表面污染和表面活度的定义,已在国家标准 GB/T 4960.5—1996《核科学技术术语:辐射防护与辐射源安全》中规定,为此本标准的定义中删去了 ISO 11932:1996 中的这些术语的定义。

本标准的附录 A、附录 B 都是标准的附录。

本标准的附录 C 是提示的附录。

本标准由中国核工业集团公司提出。

本标准由全国核能标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中国辐射防护研究院。

本标准主要起草人:马如维、金月如、任宪文、夏晓彬。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是由各国标准化团体(ISO 成员团体)组成的世界性的联合会。制定国际标准的工作通常由 ISO 的技术委员会完成,各成员团体若对某技术委员会确立的标准项目感兴趣,均有权参加该委员会的工作。与 ISO 保持联系的国际组织(官方的或非官方的)也可参加有关工作。在电工技术标准化方面,ISO 与国际电工委员会(IEC)保持密切合作关系。

由技术委员会通过的国际标准草案提交各成员团体表决,国际标准需取得至少 75% 参加表决的成员团体的同意才能正式通过。

国际标准 ISO 11932 是由 ISO/TC85 核能技术委员会的放射性测量工作组 WG2 制定的。

附录 A 和附录 B 是本标准的组成部分。

附录 C 仅供参考。

引 言

对核设施运行和退役产生的,拟再循环、再利用或作非放射性废物处置的固体物质(包括材料和物体),我国和世界有些国家及有些组织都相继发布了清洁解控标准。为了执行这些标准,即确定核设施运行和退役产生的物质是否符合清洁解控标准,特制定本标准。

目前,世界各国还没有采用统一的清洁解控水平的国际标准。各个国家采用的标准都是依据本国现有法规而制定的。例如,我国国家标准 GB 11850—1989《反应堆退役辐射防护规定》对退役设备或材料的回收再利用,规定的控制标准为:

对 β/γ 发射体:

——比活度限值为 $1.5 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$,在质量为 $1\ 000 \text{ kg}$ 的平均;

——固定的表面污染限值为 $0.8 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$,在 300 cm^2 面积的平均,并且表面经认真去污后;

对 α 发射体:

——固定的表面污染限值,对极毒组核素为 $0.08 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$;对其他核素为 $0.8 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$,在 300 cm^2 面积的平均,并且表面经认真去污后。

又例如,欧共体委员会(CEC)的一个专家组对污染或活化的钢铁的再循环,推荐的清洁解控水平为:

对 β/γ 发射体:

——比活度限值为 $1 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$,在最大质量为 $1\ 000 \text{ kg}$ 的平均,且其中任一件的比活度不大于 $10 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$;

——对可去除的表面污染限值为 $0.4 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$,对易接近表面,在 300 cm^2 面积的平均,当面积小于 300 cm^2 ,则为整个面积的平均;

——对固定的表面污染,按比活度限制。

对 α 发射体:

——表面活度限值为 $0.04 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$,在 300 cm^2 面积的平均。

中华人民共和国国家标准

拟再循环、再利用或作非放射性 废物处置的固体物质的放射性活度测量

GB/T 17947—2000
eqv ISO 11932:1996

Activity measurements of solid materials considered for
recycling re-use, or disposal as non-radioactive waste

1 范围

本标准规定了核设施运行和退役产生的,拟再循环、再利用或作非放射性废物处置的固体物质的放射性活度测量的原则和方法。

本标准适用于核设施运行和退役产生的,拟再循环、再利用或作非放射性废物处置的固体物质的放射性活度测量,以判明这些物质是否符合发布的清洁解控标准。

其他来源的,拟再循环、再利用或作非放射性废物处置的固体物质的放射性活度测量,可参照本标准执行。

本标准不适用于一般意义的放射性废物。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5202—1985 α 、 β 和 α - β 表面污染测量仪和监测仪(eqv IEC 325:1981)

GB/T 12128—1989 用于校准表面污染监测仪的参考源 β 发射体和 α 发射体(neq ISO 8769)

GB/T 12162—1990 用于校准剂量仪和剂量率仪及确定其能量响应的X、 γ 参考辐射
(idt ISO 4037:1979)

GB/T 12164—1990 用于校准 β 剂量(率)仪及确定其能量响应的 β 参考辐射
(neq ISO 6980:1984)

GB 13367—1992 辐射源和实践的豁免管理原则

GB/T 14056—1993 表面污染测定 第一部分 β 发射体(最大 β 能量大于0.15 MeV)和 α 发射体(eqv ISO 7503-1:1988)

GB/T 15222—1994 表面污染测定 第二部分 氚表面污染(eqv ISO 7503-2:1988)

EJ/T 776—1993 辐射防护用 β 、X和 γ 辐射剂量当量仪和剂量当量率仪(eqv IEC 846:1989)

EJ/T 984—1995 环境监测用X、 γ 辐射测量仪 第一部分 剂量仪型(eqv IEC 1017-1:1991)

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 直接可测的表面污染 directly measurable surface contamination

可直接测量的那部分表面污染。

3.2 可去除的表面污染 removable surface contamination

在正常工作条件下可去除的或可能转移的那部分表面污染。

3.3 可去除的表面污染的间接测定 indirect evaluation of removable surface contamination
用擦拭法对表面可去除的放射性活度进行的测定。

3.4 擦拭法 smear test

用干的或湿的擦拭材料擦污染表面以取得可去除的放射性活度样品,随后测定转移到擦拭材料上的放射性活度。

3.5 去除因子 F removal factor

某一擦拭样品从表面去除的放射性活度与该次取样前可去除的表面污染的放射性活度之比。

3.6 仪器效率 ϵ_i instrument efficiency

在给定几何条件下仪器的净计数率和源的表面发射率之比。仪器效率依赖于源发射的辐射能量。

3.7 源的表面发射率 surface emission rate of a source

单位时间内从源的表面或从源窗发射出大于给定能量的给定类型的粒子或光子的数目。

3.8 污染源效率 ϵ_s contamination source efficiency

源的表面发射率与单位时间内在源内产生或释放的相同类型的粒子或光子数之比。因粒子仅从前表面射出,所以污染源效率将低于 0.5。但是,由于反散射粒子的贡献,该值可能略为增大。

4 清洁解控有关的放射性活度测量的要求

4.1 总则

本标准考虑的清洁解控的固体物质的放射性活度测量涉及到:

- 表面污染测量;
- 比活度测量;
- 剂量率测量;
- 总活度估算。

清洁解控标准可能是,例如:

表面污染:对 β/γ 发射体 $0.4 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$ 至 $4.0 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$ 之间;对 α 发射体 $0.04 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$ 至 $0.4 \text{ Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$ 之间(在 100 cm^2 至 1 m^2 面积的平均);

比活度:范围从 $0.1 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$ 到 $10^4 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$ (有平均值的限值也有局部值的限值);

剂量率:从 $0.05 \mu\text{Gy} \cdot \text{h}^{-1}$ 至 $1 \mu\text{Gy} \cdot \text{h}^{-1}$ (近表面附近高于该处本底的剂量率)。

再循环、再利用或拟作非放射性废物处置的固体物质的清洁解控标准,以及相应的适用性规定应由国家审管部门制定。

4.2 表面污染测量

4.2.1 应考虑放射性核素

在运行和退役期间所关心的放射性核素依赖于核设施的类型(例如:动力堆、浓缩厂、加速器、燃料制造厂等),且同类型中此核设施与彼核设施也可能不同。不管什么设施,在进行大规模表面污染监测前,应知道放射性核素的组成,因为测量仪的响应依赖于放射性核素的组成。因此,厂区每一部分的污染的放射性核素的组成都应确定,除非该厂涉及的设施都是已知的单一污染[例如,天然铀氧化物(UO_2)]。放射性核素组成的实验室测定是为现场测量提供“指纹”资料的重要先驱。

确定混合放射性核素的组成可以采用如下一种或二种方法:

——高分辨率 X、 γ 能谱分析方法。例如:对 γ 辐射采用 Ge(Li) 或高纯锗探测器,对能量为 5 keV 至 50 keV 的 X 和软 γ 辐射采用 Si(Li) 或平面高纯锗探测器。

——放射化学分析方法。对低活度样品,特别是对不能用 γ 能谱法测量的那些放射性核素,采用诸如固定在“载体”上、或其他放化分离等方法使其分离出来。

放射性核素组成的计算可以作为测量的补充,但仅当这种计算的准确度已被现场测量所证实,并且

仅在由大量活化产生的放射性活度在放射性总活度中占主导的情况下,才可以采用这种计算结果。当表面污染显著时不能采用这种计算结果。

4.2.2 测定表面污染的方法

4.2.2.1 总则

表面污染能够通过直接或间接测量方法来测定(见 GB/T 14056、GB/T 15222)。直接测量是采用表面污染测量仪和监测仪进行的,这类仪表测定的是可去除的与固定的表面污染之和。间接测量是采用擦拭法进行的,该方法只能测定可去除的表面污染。

直接测量有时是困难的甚至是不可能的。例如:在污染表面有非放射性的固体或液体沉积、表面污染测量受到被检测物质活化等所致的高本底辐射场的干扰、或测量仪难以接近被检测表面等。

间接测量(擦拭法)仅能用于测定可去除的表面污染,并且去除因子带有不确定性。然而,某些清洁解控标准只推荐了易接近表面的可去除的表面污染的清洁解控水平。在这种情况下,直接测量可能引致高估,因此擦拭法是更合适的。在许多情况下,两种方法的结合将得到更可靠的结果。采用擦拭法测定氡表面污染可能是无效的(见 GB/T 15222)。

4.2.2.2 表面污染的直接测量

4.2.2.2.1 测量仪器

测量仪器的特性和性能应符合 GB 5202 的要求。仪器应能测量低于国家规定的表面污染清洁解控水平的表面活度。有关探测限的指导可以参见附录 C(提示的附录)中的参考文献[8]、[9]和[10]。

4.2.2.2.2 探测方法

探测器在表面上方移动,探测器应尽可能地接近被测表面。一旦探测到污染区,应把探测器定位在这个区域上方,并在足够长的时间内保持位置不变,以便确认测量值。探测器的移动速度应与污染限值和探测器的性能特性相适应。

4.2.2.2.3 测量程序

测量时应遵守所用测量仪器的有关操作规程和如下要求:

- a) 应在检测区内有代表性的位置测定本底计数率;
- b) 应定期检测仪器的本底计数率;
- c) 宜用一个合适的检验源校验仪器是否正常(经常用的仪器每日校验一次)。仪器对检验源的读数与认可值的偏差超过 25% 时应重新校准仪器;
- d) 为了保持探测器与表面间的距离尽可能地小,可能需要采用可移式定位架;
- e) 探测器应在至少三倍仪器的响应时间(95% 的指示值)内保持位置固定;
- f) 应知道在预期的环境条件范围内对被测放射性核素的仪器频率;
- g) 在被测表面不平整的情况下,应估计被测表面形状对仪器效率的影响(实例可见附录 C(提示的附录)中的参考文献[6]);
- h) 在被测表面有明显可见的污物和(或)氧化层,且不能去除的情况下,应考虑这些吸收层对污染源效率(ϵ_s)的影响。在附录 A(标准的附录)中给出了对各种核素的修正因子,这些修正因子是吸收层面密度的函数。

按照 GB/T 14056,被检测表面上固定和可去除的 α 或 β 污染的表面活度 A_s ($\text{Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$) 由下式给出:

$$A_s = \frac{n - n_B}{\epsilon_i \times \epsilon_s \times W} \dots\dots\dots (1)$$

式中: n ——测得的总计数率, s^{-1} ;

n_B ——本底计数率, s^{-1} ;

ϵ_i ——对 α 或 β 辐射的仪器效率;

W ——探测器窗的面积, cm^2 ;

ϵ_s ——污染源的效率。

在缺少 ϵ_s 已知数值时, ϵ_s 可以取为:

$\epsilon_s = 0.5$ [β 发射体 ($E_\beta \geq 0.4$ MeV)]

$\epsilon_s = 0.25$ [β 发射体 (0.15 MeV $< E_\beta < 0.4$ MeV) 和 α 发射体]

其中 E_β 是 β 粒子的最大能量。

低估 α 污染的可能性, 见 GB/T 14056。

4.2.2.3 表面污染的间接测量

4.2.2.3.1 测量仪器

测量擦拭样品最好采用屏蔽良好的固定式计数装置, 如 α/β 正比计数器、 γ 能谱仪和液体闪烁计数器。若选用便携式表面污染测量仪或监测仪时, 选用的仪器应符合 GB 5202 的要求。仪器应能测量足够低的活度, 以便能很容易确定表面污染是否低于国家规定的清洁解控水平。

注: 大多数仪器对 α 污染能够测量到小于 0.4 Bq, 对 β 污染小于 4 Bq。若擦拭面积 100 cm², 去除因子 $F=0.1$, 则相当于能测量低于 0.04 Bq \cdot cm⁻² 的 α 发射体和低于 0.4 Bq \cdot cm⁻² 的 β 发射体的可去除的污染。这正好是 GB 13367 中建议的可回收再利用的钢材和设备的表面污染的清洁解控水平。

4.2.2.3.2 测量程序

按 GB/T 14056 的规定取擦拭样品并测量后, 被测表面可去除的表面污染的表面活度 A_s 按下式计算得到:

$$A_s = \frac{n - n_B}{\epsilon_i \times \epsilon_s \times F \times S} \dots\dots\dots(2)$$

式中: n ——测得的总计数率, s⁻¹;

n_B ——本底计数率, s⁻¹;

ϵ_i ——对 α 或 β 辐射的仪器效率;

F ——去除因子;

S ——擦拭面积, cm²;

ϵ_s ——污染源的效率。

实际工作中遇到的各种表面, 都应通过实验测定去除因子 F , 否则应使用 $F=0.1$ 。

4.2.2.4 仪器效率的校准

表面污染测量所用的全部仪器应使用符合 GB/T 12164 和 GB/T 12128 规定的参考源, 按照 GB/T 14056 规定的程序进行校准。

4.2.2.5 氚表面污染

氚是低放射毒性的核素。在核设施退役中, 一般不涉及氚表面污染。但是某些情况下, 例如在动力堆的钢筋混凝土中存在活化产物氚, 在聚变堆中也存在氚。当涉及到氚表面污染时, 应按照 GB/T 15222 规定的程序进行测定。

4.2.2.6 表面污染测量结果的记录

对于拟解控的物质来说, 表面污染测量报告应包括下述内容:

- a) 测量日期;
- b) 采用的清洁解控标准;
- c) 场所和具体位置;
- d) 间接测量的表面类型;
- e) 擦拭材料(干或湿);
- f) 润湿剂;
- g) 间接测量的去除因子(实测的或假设的);
- h) 使用的仪器;

- i) 本底;
- j) 表面活度(包括放射性核素的组成);
- k) 测量人的姓名和签名。

4.3 比活度测量

4.3.1 总则

比活度的测量需要知道放射性核素的组成。放射性核素的组成可以采用能谱分析和放射化学分析来确定。确定难于或不能用能谱方法测量的放射性核素(例如⁵⁵Fe、⁶³Ni或²⁴¹Pu)与那些易于测量的放射性核素(例如¹³⁷Cs或⁶⁰Co)之间的比值是很重要的。对拟再循环、再利用或作非放射性废物处置的每一类物质都应测定其放射性核素的组成。在这些物质去污后(假若去污)和运出核设施前都应进行这种测定。

4.3.2 测量技术

4.3.2.1 实验室测量

对每一个检测单元都应采用取芯样的办法进行能谱分析或放射化学分析,以测定其放射性核素的组成。选择的探测方法应能鉴别所有关心的核素。

采取的样品量应足够大,以便在样品的比活度为国家规定的清洁解控水平(例如 $1 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$)时,使样品的总活度能在95%的置信水平情况下进行放射性核素组成的定量分析。另外应对样品的自吸收进行修正。

样品的几何条件和放射性活度的空间分布最好制备成与校准源一致,以使样品测量的条件与校准条件相同。

取样时应小心,以避免放射性核素的组成和活度发生改变(例如火焰切割时的表面蒸发)。对于表面污染,应在放射性核素已渗入到物质里面的那些位置进行取样(例如焊接处)。

能谱方法探测限的导出、 γ 和 α 能谱的测定方法和采用的探测器可参见附录C(提示的附录)中的参考文献[8]、[9]和[10]。物质中放射性核素⁵⁵Fe和⁶³Ni的放射化学分析方法见附录B(标准的附录)。

4.3.2.2 现场测量

现场或就地测量通常使用剂量率仪和(或)计数率仪。使用的便携式X、 γ 剂量率仪的量程范围应为 $10 \text{ nGy} \cdot \text{h}^{-1}$ 至 $10 \mu\text{Gy} \cdot \text{h}^{-1}$ 。计数率仪的量程范围至少应覆盖4.1中给出的 α 和 β/γ 发射体各自的范围。使用的仪器应满足EJ/T 776或EJ/T 984规定的要求。

把在取样位置接触测量的剂量率(或计数率)减去本底得出的净剂量率(或计数率)与按4.3.2.1测得的比活度联系起来,可算得净剂量率(或计数率)与比活度的转换因子。应采用该换算因子,对足够多个测量点来判明是否符合比活度清洁解控标准(取测量点的统计基础见4.4)。

与比活度清洁解控标准不同,其他清洁解控标准可能规定在距物件给定距离处的剂量率限值。假若探测器的尺寸与该解控标准规定的距离相比小很多,则可采用测量比活度的仪器进行现场测量。

4.3.2.3 总 γ 活度测量

使用具有大面积的内置式(例如 4π 几何条件)液体闪烁计数器或塑料闪烁计数器的专用测量系统能在短的测量时间内对大量物质进行测量。在这种情况下测定的是总 γ 活度。该系统应能以足够高的探测几率测量被检测物质发射的 γ 射线。

被检测物质的形状,在测量体积中的位置,以及自屏蔽作用都可能影响测量的结果。因此应按物质的类型(例如具有相同壁厚的物质)进行分组。将具有类似的几何和自屏蔽特征的物质分成一组,并按该组的测量条件对仪器进行校准。测出这一组物质的总 γ 活度和质量后,就可算出其比活度。

由于被测物质在测量位置引起的屏蔽作用可以降低本底计数率。因此必须用与被测物质相同的非放射性物质去确定这种影响。

由于污染物质和污染位置的微小差异可能导致测量结果很大的不同——特别是涉及到低能发射体时,所以对测量数据的解释应谨慎。

4.3.2.4 本底要求

为判定是否符合清洁解控标准而进行的所有测量应在该现场中本底辐射尽可能低的区域进行,或在最小可探测比活度(置信度为95%)低于清洁解控水平的区域进行。对于就地测量,例如混凝土构筑物的就地测量,若可利用运行前的剂量率则宜取此值作为本底剂量率,否则其本底剂量率宜取该设施中没有污染的类型构筑物处测得的剂量率。易移动的物件应拿到本底剂量率不超过 $100 \text{ nGy} \cdot \text{h}^{-1}$ 的屏蔽区域进行测量。测量中可以应用附录C(提示的附录)中的参考文献[8]、[9]和[10]规定的测量时间、阈值和本底间的相互关系。

4.3.2.5 仪器的校准

现场测量应使用经X和 γ 参考辐射校准过的便携式剂量率仪,所用的X和 γ 参考辐射应符合GB 12162的规定。4.3.2.3所述的专用测量系统应使用参照组和 γ 参考源,对每一组类型物质分别校准。参照组可以由相同物质的非放射性物质或者由模拟体组成。

应利用一个合适的检验源定期校验仪器是否正常(经常使用的仪器每天校验一次)。

4.3.2.6 比活度测量结果的记录

对于拟解控的物质来说,比活度测量报告应包括如下内容:

- a) 测量日期;
- b) 采用的清洁解控标准;
- c) 场所和具体位置;
- d) 被测物质的类型;
- e) 使用的仪器;
- f) 探测限;
- g) 校准日期和使用的参考源;
- h) 本底(剂量率或计数率);
- i) 测量的总剂量率(计数率);
- j) 使用的剂量率(计数率)与比活度的转换因子;
- k) 比活度(包括放射性核素的组成);
- l) 假若测量时的比活度高于采用的清洁解控水平,则应写明比活度降至低于清洁解控水平的日期;
- m) 测量人的姓名和签名。

4.4 采样方法

为分析放射性核素而采集的样品应能代表被清洁解控的物质。小的物体,例如管道等,应全部进行检测,测定其比活度和(或)内、外表面的污染。对大的物体,如建筑物内的地板、墙壁、天花板,其样本数应具有足够的统计基础,以使采用最少的取样数所得的结果能达到足够的置信水平(95%)。

本标准采用分层随机采样方法(见附录C(提示的附录)中的参考文献[7])。满足统计要求的样品数 n 可由下式计算:

$$n \geq 45 \frac{s^2}{\bar{X}^2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: s ——样本的标准差;

\bar{X} —— n 个样品的测定量的平均值。

对于建筑物内的地板、墙壁和天花板,首先在它们上面按清洁解控标准要求的平均面积划出大小一致的网格,然后对各网格进行编号。从每一网格中至少随机选定30个初始样品进行接触测量,并在各个网格中心上方1 m距离处测量 γ 剂量率。 α 表面活度、 β - γ 剂量率和 γ 剂量率等接触测量的数量取决于与网格尺寸相比探头的大小及该网格内各处放射性强弱的差异。

30个样品测量后,计算这30个样品测定量的平均值 \bar{X} 和标准差 s 。为了获得平均值的准确估计所要求的样品数 n 由下式计算:

$$n = 45 \frac{s^2}{\bar{X}^2} \dots\dots\dots(4)$$

假若计算值 n 大于 30(初始样品数),则需要增加样品数。

按照(4)式,若样品数已足够多,则计算出每个网格内的平均值 \bar{X} 和平均值的标准差 \bar{s} 。平均值的标准差 \bar{s} 按下式计算:

$$\bar{s} = \frac{s}{\sqrt{n}} \dots\dots\dots(5)$$

若 $\bar{X} + 2\bar{s}$ 的计算值低于规定的限值,则表示以 95% 的置信度符合清洁解控标准。假若去污过程已全部按同样的要求去除了放射性污染,则同样的方法可用于大体积的金属物体。

附录 A
(标准的附录)
β 表面污染测量图

物件表面上的吸收层、探测器与被测量表面的距离及被测物件表面的形状对测量结果的影响如图 A1 和 A2 所示。

用窗厚为 $0.9 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ，窗面积为 112 cm^2 的 Ar/CH_4 正比计数器去测量一个 100 cm^2 的薄表面污染源，其归一化计数率与吸收层面密度的关系如图 A1 所示。

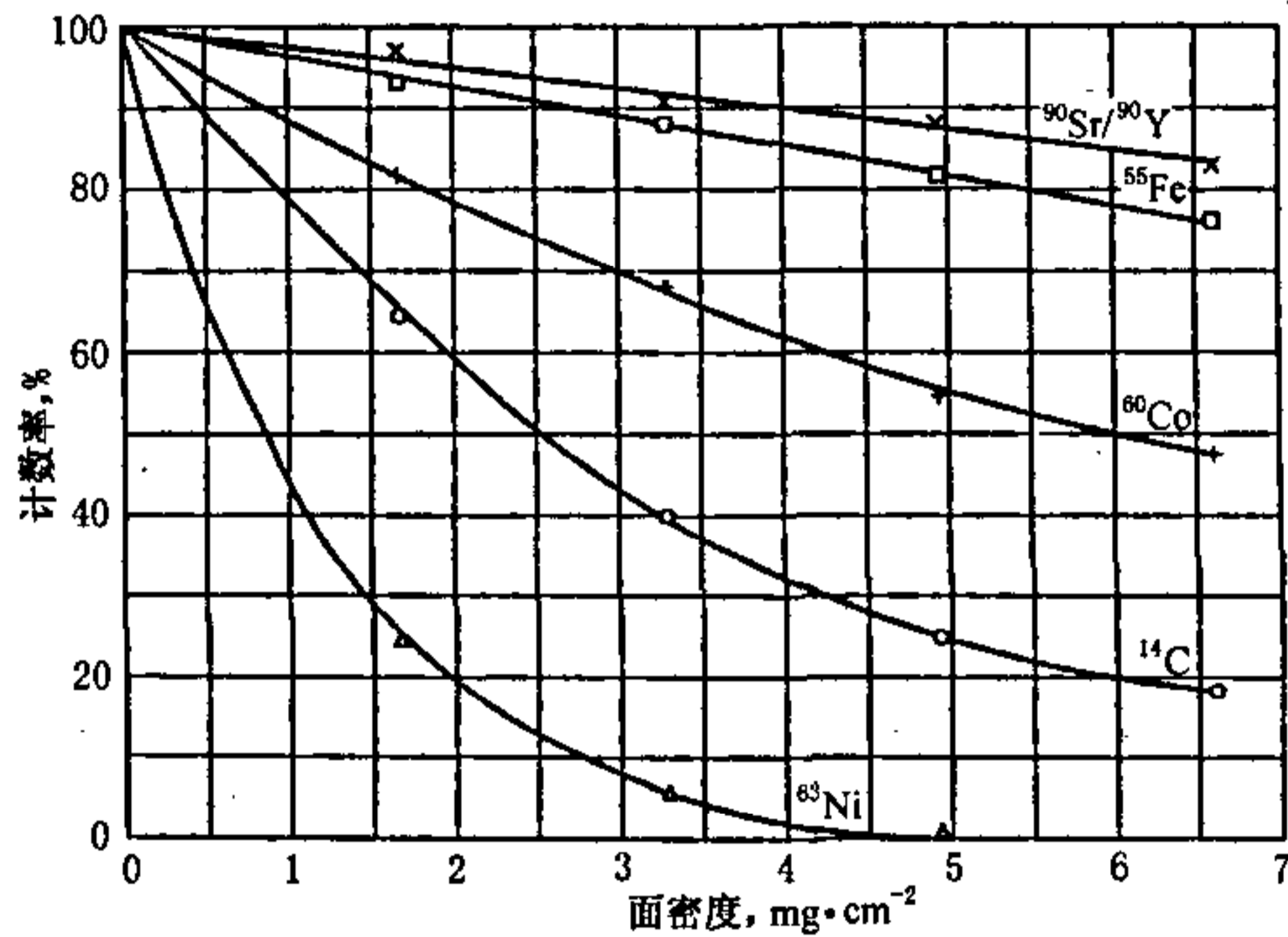


图 A1 归一化计数率随吸收层面密度的变化

未磨光的金属表面的粗糙厚度大约是晶粒大小的一半，即最大值约为 $50 \mu\text{m}$ 。磨光的表面的粗糙厚度大约为几微米。假若油污和灰尘的面密度为 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ，则第一种情况导致的吸收层面密度为 $2.5 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ，第二种情况为 $0.7 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。

从图 A1 可以看出，若吸收层的面密度为 $2.5 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2}$ ，则 ^{63}Ni 的计数率将降至 13%。

流气式正比计数器的计数率随探测器至源面的距离的变化如图 A2 所示。

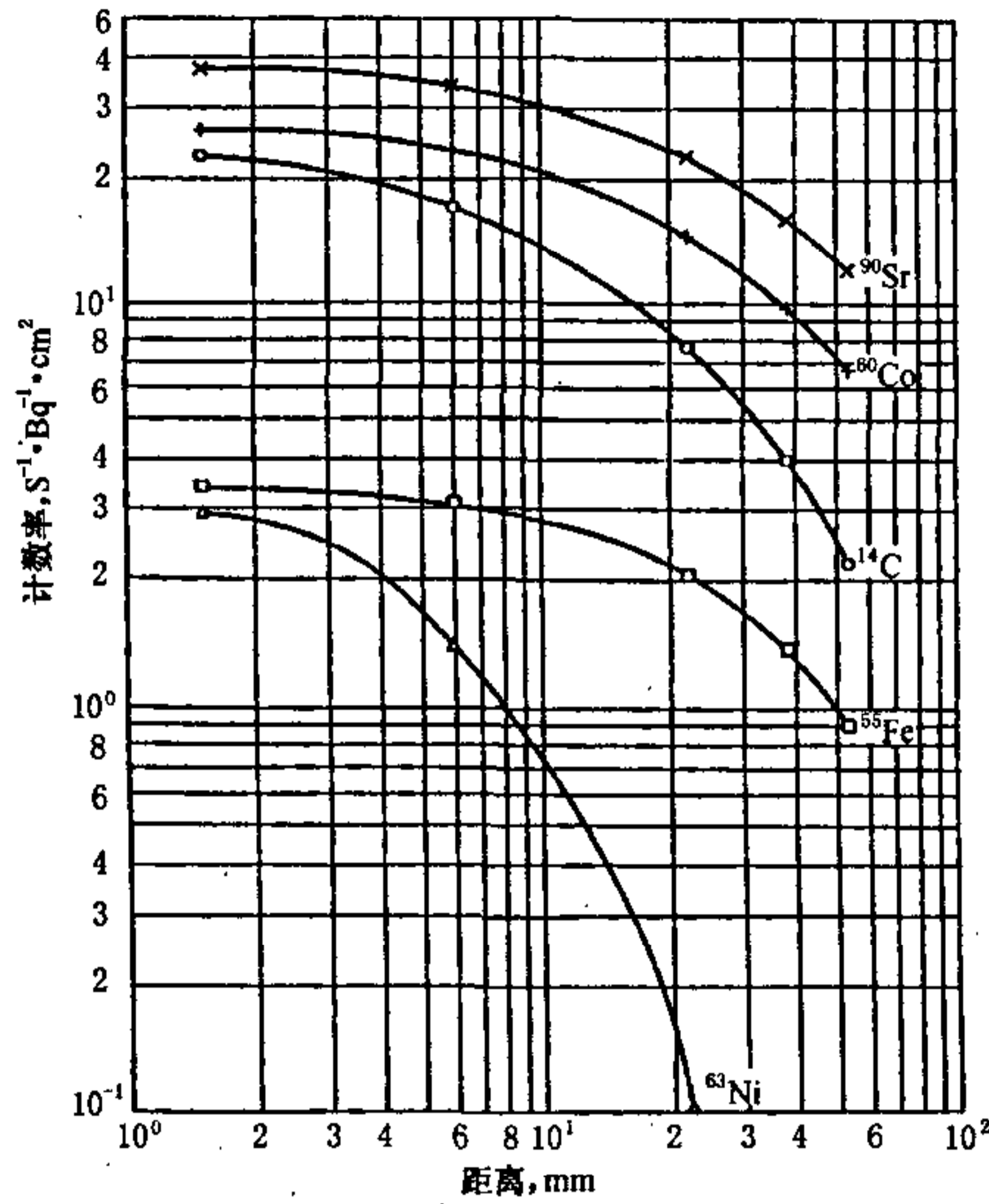


图 A2 计数率随探测器至源面的距离的变化

(校准源面 8 cm×12.5 cm, 探测器窗面 9.4 cm×16.6 cm, 探测器窗厚 0.3 mg·cm⁻², 工作气体 Ar/CH₄)

附录 B

(标准的附录)

⁵⁵Fe 和 ⁶³Ni 的低水平放射性活度测量

B1 引言

本附录涉及到两个关键核素。若安全审管部门要求, 则应测量它们的活度。⁵⁵Fe 是低能 X 射线发射体 (5.9 keV), ⁶³Ni 是纯 β 发射体。当它们与其他放射性核素混存时, 不能直接测量它们。因此, 为了提高准确度应采用化学萃取或分离的方法。

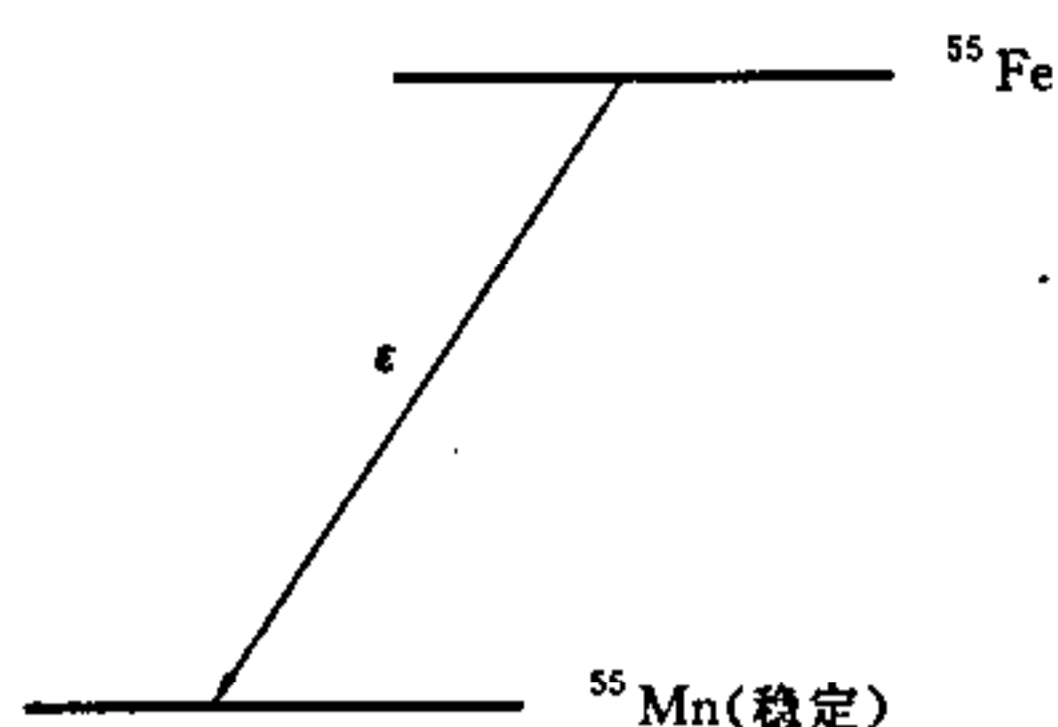
所建议的方法可用于各种固体物质低水平放射性活度测量。不同实验室采用同样的方法其结果将可以比较, 并将提高结果的准确度。

B2 ⁵⁵Fe 的测定

核反应堆不锈钢部件里都存在铁, 铁被中子活化而生成 ⁵⁵Fe, 因此核反应堆废物和废金属中通常存在 ⁵⁵Fe。

⁵⁵Fe 的半衰期较长 ($T_{1/2} = 2.7a$)。

⁵⁵Fe 以电子俘获衰变 ($E = 232 keV$), 衰变时伴有软 X 射线 ($E = 5.9 keV$) 辐射。



该软 X 射线用来定量测定 ^{55}Fe 。

B2.1 试剂

试剂包括：

- Ni、Co、Ag、Cs 的浓溶液 ($10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)；
- 铁溶液，用作载体；
- 浓氨水和浓无机酸，例如：硫酸、硝酸、高氯酸等；
- 硝酸， $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ；
- 盐酸， $5.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 和 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ；
- 有机阴离子交换树脂：季铵类 1 型，二乙烯苯 (DVB) 4%，100~200 目。

B2.2 仪器设备

仪器设备包括：

- 实验室玻璃器皿：烧杯、滴定管、移液管等；
- pH 计；
- 离心机和(或)实验室过滤系统；
- 原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体 (ICP) 发射光谱仪；
- X 射线能谱仪或液体闪烁计数器；
- γ 射线能谱仪。

B2.3 ^{55}Fe 的测量

按 ^{55}Fe 的核性质，至少可以采用如下两种技术来测量，这两种测量技术都涉及到化学分离。

——X 射线能谱分析

对带色的样品或活度足够大，即大于 $100 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$ (简化法) 的样品常采用这种技术。

——液体闪烁计数

类似弱 β 发射体， ^{55}Fe 发射的 X 射线或俄歇电子与液体闪烁体作用而产生光子辐射。对于活度为 $1 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$ 至 $100 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$ 的铁样品，并且此样品中的超铀元素已被分离 (通用方法) 时，可采用这种技术。当样品中含有钴、镍、银、铯或氚时总采用这种技术。

B2.3.1 简化法

图 B1 给出了本方法的使用指南。

按固体样品的性质将其溶解。常采用浓无机酸溶解样品 (见 B2.1c)。

用原子吸收分光光度计或 ICP 发射光谱仪 (见 B2.2d) 测量总铁浓度。溶液的铁浓度应大约为 $25 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。若铁浓度低于此值，应加入已知量的铁。

通过分离前后铁的测定来确定 ^{55}Fe 的分离率。在整个 ^{55}Fe 分离过程中，最终样品携带的放射性杂质可用 γ 射线能谱仪 (见 B2.2f) 来检测。

添加镍、钴、银是为了提高这些元素的去污系数，这些元素在 pH10 时不产生沉淀。沉淀前应添加这

些元素,直到它们的浓度达到 $20 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 为止。

第一、第二次添加采用离心分离沉淀,第三次添加采用离心和过滤分离沉淀。

然后用硝酸(见 B2.1d))溶解氢氧化铁(Ⅲ)的沉淀。

该溶液被用于测定化学产额($>95\%$)和测定 ^{55}Fe 的活度(采用 X 射线能谱仪)。

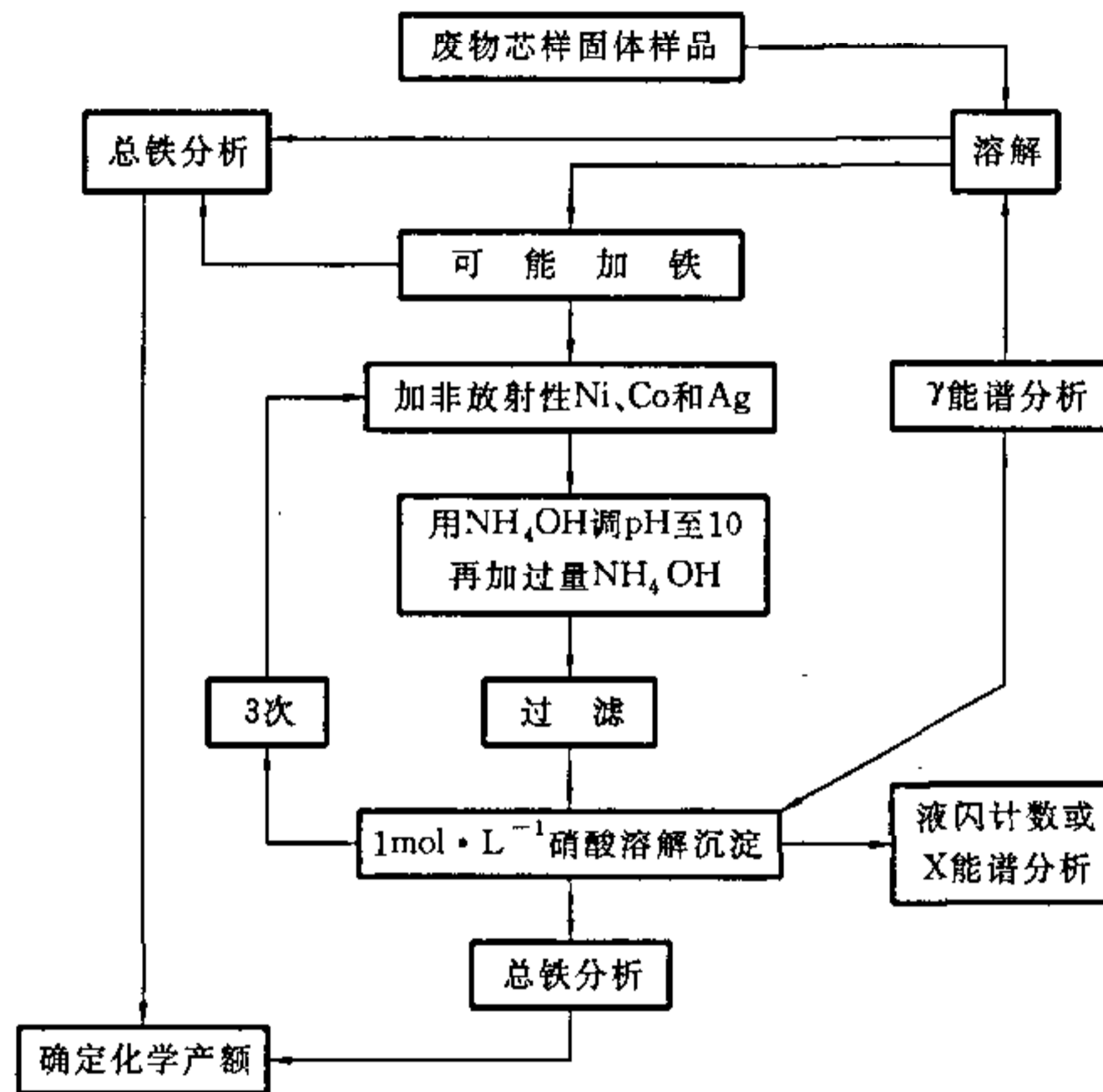


图 B1 专用分离 ^{55}Fe 的简化法

B2.3.2 通用方法

图 B2 给出了本方法的使用指南。

开始的处理程序与简化法相同。只是第三次沉淀改用 $5.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸(见 B2.1e))溶解,而不用硝酸(见 B2.1d)),其目的是为了获得阴离子络合物 $[\text{FeCl}_4]^-$ 。

使溶液通过阴离子交换树脂,再用 $5.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸洗涤阴离子交换柱。

用 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸(见 B2.1e))将铁从树脂中洗提出来。溶液蒸干,并用硝酸(见 B2.1d))溶解残渣。

测量该溶液中铁的分产生额($>95\%$),并用 X 射线能谱仪(见 B2.2e))或液体闪烁计数器测定该溶液。用液体闪烁计数器测定时要求对装置进行校准。

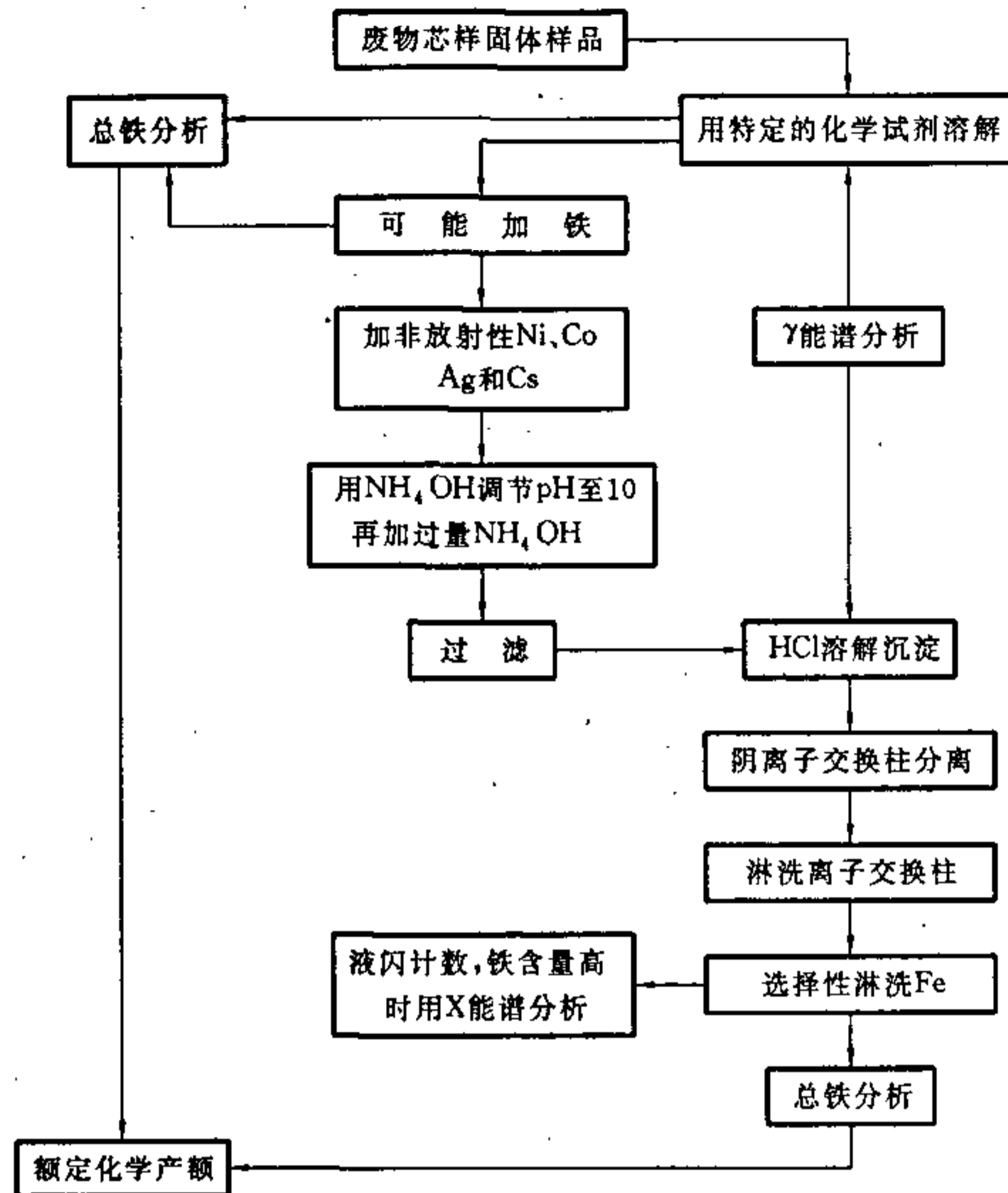


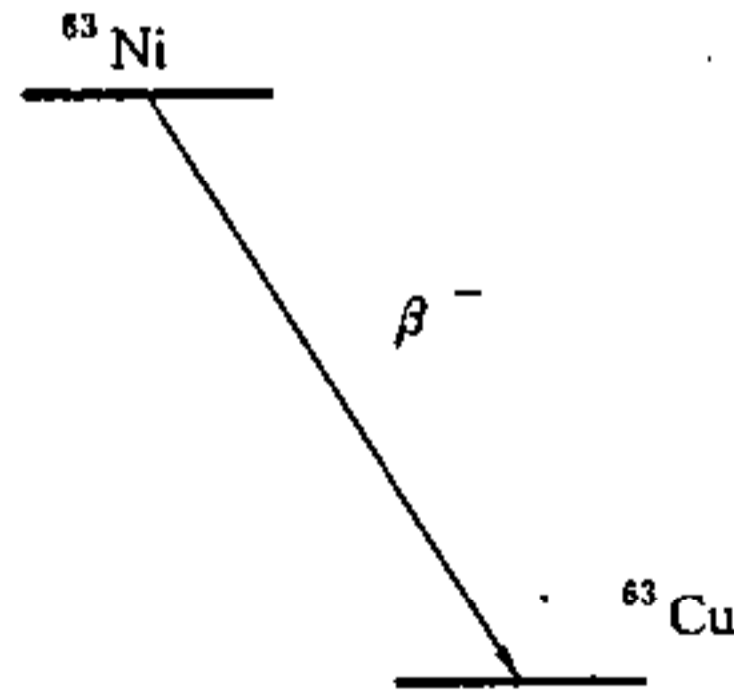
图 B2 专用分离⁵⁵Fe 的通用方法

B3 ⁶³Ni 的测定

因科镍合金中镍是主要成分(>50%),不锈钢中镍也是主要成分之一(~10%)。这两种合金都在高热中子通量场中使用。因此所有核废物中都可能存在⁶³Ni。

⁶³Ni 的半衰期长($T_{1/2}=100a$)。

⁶³Ni 是纯软 β 发射体($E_{\beta}=67 \text{ keV}$)，该 β 辐射可用以定量测定⁶³Ni。



B3.1 试剂

试剂包括：

- a) 镍溶液($10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)。用作载体；
- b) 丁二酮肟；
- c) 柠檬酸铵溶液($20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)；
- d) 三氯甲烷；
- e) 硝酸：浓酸和稀酸。

B3.2 仪器设备

仪器设备包括：

- a) 实验室玻璃器皿：烧杯、滴定管、移液管等；
- b) 蒸馏器和蒸馏瓶；
- c) pH 计；
- d) 原子吸收分光光度计；
- e) β 计数装置：液闪；
- f) γ 射线能谱仪。

B3.3 ^{63}Ni 的测量

图 B3 中给出了测量方法的程序，它包括如下步骤：

第 1 步

按固体样品的性质将其溶解。

第 2 步

用原子吸收分光光度计测量溶液中镍浓度，如有必要，加入已知量的镍，使溶液的镍浓度大约为 $10 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。因为该元素有颜色，溶液的颜色对液闪计数的猝灭具有有害影响，因此应避免镍的浓度过高。

第 3 步

调整 pH 和添加柠檬酸铵(见 B3.1c))后，用丁二酮肟(见 B3.1b))萃取镍。为了获得高于 95% 的回收率，应重复萃取四次。

第 4 步

用分液漏斗分离三氯甲烷，并将四次萃取液收集在同一蒸馏瓶中。

第 5 步

采用蒸馏除去三氯甲烷，直到获得“丁二酮肟镍”(NiDMG)的干馏份。由于三氯甲烷对猝灭有负效应，因而这一步是非常必要的。

第 6 步

添加浓硝酸(见 B3.1e))以便重新溶解镍并分解 NiDMG 络合物。用稀硝酸(见 B3.1e))洗涤蒸馏瓶，并按要求调整最终体积。

第 7 步

一部分溶液用原子吸收分光光度计测量，以计算产额。

另一部分溶液用液体闪烁计数装置测量。该测量之前应确定液体闪烁计数装置的猝灭特性。

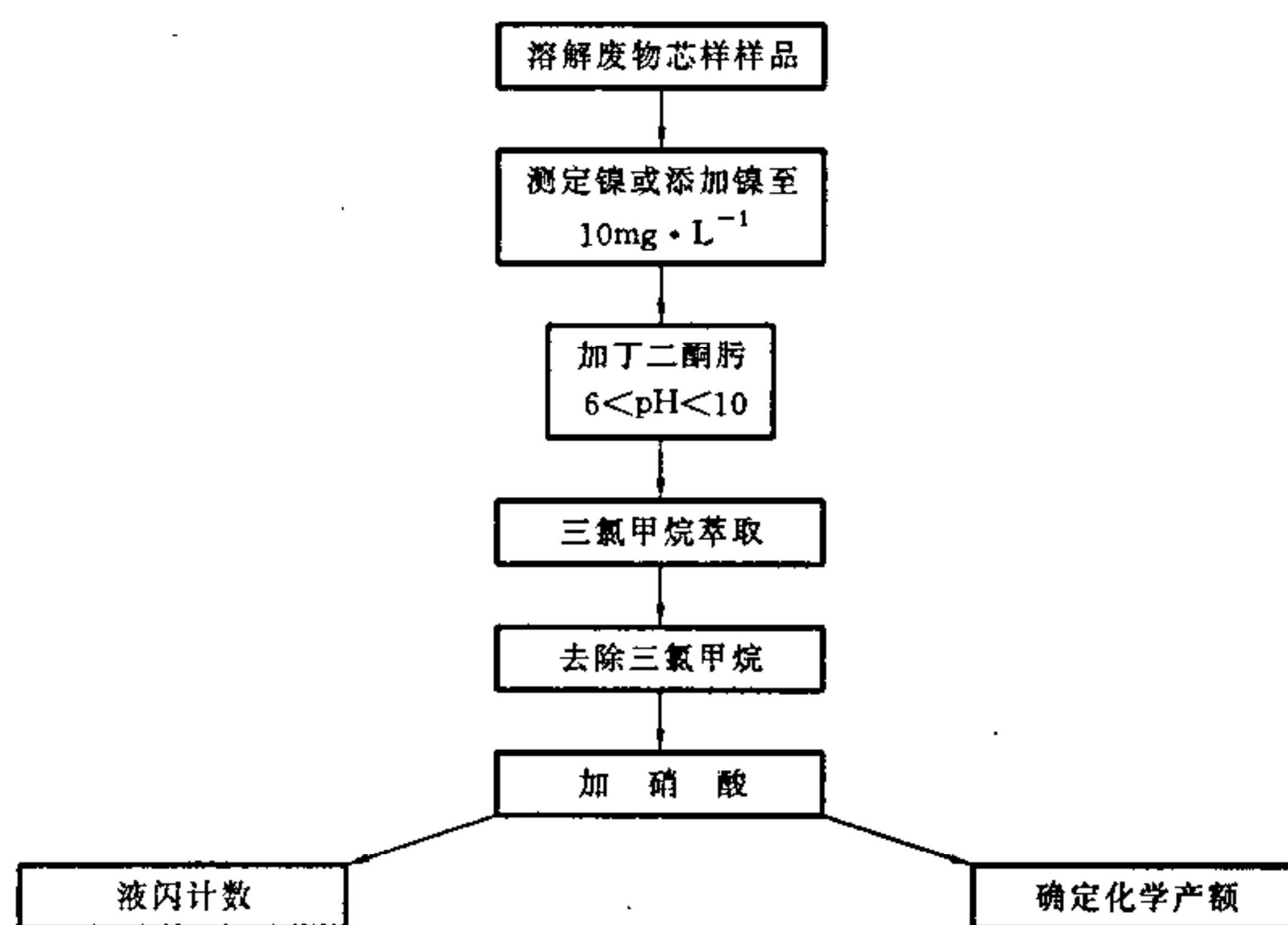


图 B3 专用分离 ^{63}Ni 的方法

附 录 C
(提示的附录)
参 考 资 料

- [1] Factors relevant to the recycling or re-use of components arising from the decommissioning and refurbishment of nuclear facilities, IAEA Technical Reports Series No. 293, Vienna (1988).
 - [2] Radiological protection criteria for the recycling of materials from the dismantling of nuclear installations. Recommendations from the group of experts set up under the terms of Article 31 of the Euratom Treaty, Radiation Protection No. 43, Commission of the European Communities, Luxembourg (1988).
 - [3] Application of exemption principles to the recycling and reuse of materials from nuclear facilities, IAEA Safety No. 111-P-1.1, Vienna (1993).
 - [4] IAEA 安全丛书 No. 115, 国际电离辐射防护和辐射源安全的基本标准, 国际原子能机构, 维也纳, 1997.
 - [5] Hulot M., et al., State of the art review on technology for measuring and controlling very low-level radioactivity in relation to the decommissioning of nuclear power plants, EUR 10643 EN (1996).
 - [6] HOFFMANN R. and L EIDENBERGER B., Optimization of measurement techniques for very low level radioactive waste material, EC Research Contract Fl1D-0048D(B).
 - [7] Monitoring Programmes for Unrestricted Release Related to Decommissioning of Nuclear Facilities, IAEA Technical Reports Series No. 334, Vienna (1992).
 - [8] ISO 11929-1, Determination of the lower limits of detection and decision for ionizing radiation measurements—Part 1: Fundamentals and applications to counting measurements without the influence of sample treatment.
 - [9] ISO 11929-2, Determination of the lower limits of detection and decision for ionizing radiation measurements—Part 2: Fundamentals and applications to counting measurements with the influence of sample treatment.
 - [10] ISO 11929-3, Determination of the lower limits of detection and decision for ionizing radiation measurements—Part 3: Fundamentals and applications to counting measurements by high-resolution gamma spectrometry without the influence of sample treatment.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
拟再循环、再利用或作非放射性
废物处置的固体物质的放射性活度测量
GB/T 17947—2000

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

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 34 千字
2000年7月第一版 2000年7月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-16799

*

标 目 414—47