



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□□-20□□

水中铅-210 的分析方法 α/β 计数器法

Determination of lead-210 in water — α/β counter method

(征求意见稿)

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□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 铅载体配制及标定.....	4
9 仪器刻度.....	4
10 结果计算与表示.....	5
11 准确度.....	6
12 质量保证和质量控制.....	6
13 废物处理.....	8
14 注意事项.....	8
附 录 A （资料性附录） 正确使用本标准的说明	9
附 录 B （资料性附录） 铅-210/钋-210 联测方法.....	12

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》，规范环境中铅-210的分析测量工作，制定本标准。

本标准规定了水中铅-210的分析步骤以及应遵守的技术规定。包括试剂和材料、仪器和设备、样品、分析步骤、结果计算与表示、准确度、质量保证和质量控制、废物处理等技术要求。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。

本标准附录A和附录B为资料性附录。

本标准为首次发布。

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、山东省辐射环境管理站、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和苏州热工研究院有限公司。

本标准由生态环境部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水中铅-210的分析方法 α/β 计数器法

警告：本标准应用到硝酸、盐酸、硫酸、硝酸铅、微量放射性物质，为避免强酸腐蚀、毒性损害和吸入微量的放射性粒子，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 α/β 计数器法测定水中铅-210的原理、化学试剂、仪器、操作流程、结果计算、质量控制等内容。

本标准适用于环境水和废水中铅-210的分析，生物、气溶胶、沉降物中铅-210的测量可以参考此方法。

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

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准；凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 α/β 计数器 α/β counter

通过探测 α 粒子、 β 粒子电离辐射强度进行计数，来测量被分析样品中放射性核素含量的仪器。

3.2 冠醚树脂 crown ether resin chromatography

由 6 个“—CH₂CH₂O—”组成的环状分子，与铅离子在特定条件下可形成异形性络合物，去除液相中其他干扰离子，用于提纯和收集铅离子。

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，确定分离过程中铅-210 的损失量，从而求出样品中铅-210 的原始总量。

4 方法原理

水样中加入稳定铅载体，与氢氧化铁共沉淀，吸附载带水中铅元素。盐酸溶解沉淀，冠醚树脂吸附铅，柠檬酸铵溶液解吸，硫酸钠沉淀铅，以硫酸铅沉淀形式称重，平衡一个月后测量其子体铋-210的 β 射线，推算出样品中铅-210的含量。

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，所有试剂都不具有可测到的 β 放射性。

- 5.1 盐酸（HCl），36%~38%（m/m）。
- 5.2 盐酸（HCl），1.0 mol/L。
- 5.3 盐酸（HCl），2.0 mol/L。
- 5.4 硝酸（HNO₃），65%~68%（m/m）。
- 5.5 硝酸（HNO₃），8.0 mol/L。
- 5.6 硝酸（HNO₃），1.0 mol/L。
- 5.7 硝酸（HNO₃），0.1 mol/L。
- 5.8 硫酸（H₂SO₄），95.0%~98.0%（m/m）。
- 5.9 硫酸（H₂SO₄），2.0 mol/L。
- 5.10 无水乙醇（C₂H₅OH），纯度≥98.0%。
- 5.11 氨水（NH₄OH），28%~30%（m/m）。
- 5.12 过氧化氢（H₂O₂），30%。
- 5.13 高锰酸钾（KMnO₄），纯度≥99.0%。
- 5.14 高锰酸钾溶液（KMnO₄），2%（m/V）。
- 5.15 三氯化铁（FeCl₃），纯度≥99.0%。
- 5.16 三氯化铁溶液（FeCl₃），约20 mg Fe³⁺/mL，1 mol/L 盐酸溶液（5.2）。
- 5.17 抗坏血酸（C₆H₈O₆），纯度≥99.0%。
- 5.18 抗坏血酸溶液，0.5 mol/L。
- 5.19 无水硫酸钠（Na₂SO₄），纯度≥99.0%。
- 5.20 饱和硫酸钠溶液。
- 5.21 硝酸铅（Pb（NO₃）₂），纯度≥99.9%。
- 5.22 铅载体，约10 mg Pb²⁺/mL，0.1 mol/L 硝酸溶液。
- 5.23 柠檬酸铵，纯度≥99.0%。
- 5.24 柠檬酸铵溶液，0.05 mol/L。
- 5.25 铅-210标准溶液，活度浓度值推荐1.0 Bq/g。需经国内外权威机构认定或计量检定机构检定，并持有相应的活度浓度证明。
- 5.26 冠醚树脂（锶树脂或铅树脂），50 μm~100 μm，1.0 mg 树脂/柱，铅交换容量：30 mg/g。

6 仪器和设备

- 6.1 低本底 α/β 测量仪：仪器的性能指标应满足 GB/T 11682 的要求。
- 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 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：感量 0.1 mg 。
- 6.4 离心机，转速大于 5000 转/分钟 。
- 6.5 冠醚树脂交换柱，柱高 20 cm ，内径： 1.0 cm ，上端储液槽体积 100 mL 。
- 6.6 可拆卸式漏斗。
- 6.7 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集与保存

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。

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，水样采集后立即加入硝酸 (1+1) 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，水样保存期不得超过 6 个月。采样量不宜少于 15 L 。

为了排除沉淀物的影响而采用过滤（澄清）时，在过滤或澄清后取上清液再酸化。

7.2 样品的制备

7.2.1 量取 5 L 已酸化水样置于烧杯中，准确加入 2 mL 铅载体 (5.22)，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 min 。

7.2.2 加入 5 mL 三氯化铁溶液 (5.16)，不断搅拌直至分散均匀。

7.2.3 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 $\text{pH}=8.5\sim 9.2$ （用精密 pH 试纸测定），每隔半小时搅拌一次，直至无上悬浮物，静置过夜。

7.2.4 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，用去离子水清洗烧杯和滤纸 3 次，弃去滤液。

7.2.5 用 10 mL 盐酸 (5.3) 溶解沉淀，沉淀溶解液过滤收集于 100 mL 烧杯中。用 10 mL 盐酸 (5.3) 分 3 次清洗滤纸，清洗液合并入烧杯。

7.2.6 沉淀溶解液如出现褐色沉淀，可向烧杯中滴加两滴过氧化氢 (5.12)，在电热板上煮沸 3 min 。

7.3 冠醚树脂的填装和过柱

7.3.1 冠醚树脂的填装：冠醚树脂用去离子水浸润，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 mL 硝酸 (5.5) 淋洗，备用。

7.3.2 过柱：滤液 (7.2.5) 转入交换柱储液槽内，依靠重力过柱。

7.3.3 洗涤：当滤液流至交换柱上端玻璃纤维与树脂交界处，用 20 mL 盐酸 (5.3) 清洗烧

杯，清洗液倒入交换柱储液槽内，依靠重力过柱，再依次用 10 mL 硝酸（5.6）和 30 mL 硝酸（5.7）洗涤。

7.3.4 解吸：当洗涤溶液流至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（5.24）解吸，解吸液用 100 mL 烧杯接收。

7.3.5 沉淀：向解吸液中加入两滴硫酸（5.9），再加入 1 mL 饱和硫酸钠溶液（5.20）。沿烧杯内壁持续搅拌 1 min 以上，直至出现大量白色沉淀。

7.3.6 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，依次用去离子水 and 无水乙醇（5.10）各 10 mL 洗涤沉淀。为防止其他盐分干扰硫酸铅沉淀，可采用去离子水多次洗涤沉淀，去除杂质。沉淀连同滤纸置于 45 °C 烘箱中烘 1 h 以上，直至恒重，制成样品源，并以硫酸铅的形式计算铅的化学回收率。样品源置于干燥器内保存、待测。

7.3.7 测量：样品源放置一个月平衡后，置于测量盘（6.2）上，在低本底 α/β 测量仪（6.1）上测量铋-210 的 β 计数率，样品源的测量时间计算参见附录 A.2。

8 铅载体配制及标定

8.1 配制：准确称取硝酸铅（5.21）约 4g，转入 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（5.7），搅拌直至全部溶解，定容于 250 mL 容量瓶。

8.2 标定：取四个 100 mL 烧杯，分别加入 2 mL 铅载体溶液、20 mL 去离子水、两滴硫酸（5.9）和 1 mL 饱和硫酸钠溶液（5.20），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 and 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。滤纸两次质量之差即为硫酸铅沉淀的质量。

8.3 测量：沉淀连同滤纸置于测量盘（6.2）上，在低本底 α/β 测量仪（6.1）上测量 β 计数率。 β 计数率应保持在仪器本底计数率的 3 倍标准偏差范围内，否则应更换硝酸铅或采用测得的 β 计数率代替仪器本底的 β 计数率。

8.4 计算：铅载体（ Pb^{2+} ）含量按公式（1）计算：

$$m_{\text{Pb}} = \frac{\Delta m}{2} \times \frac{M_{\text{Pb}}}{M_{\text{PbSO}_4}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_{Pb} —铅载体（ Pb^{2+} ）含量，mg/mL；

Δm —滤纸两次质量之差，mg；

M_{Pb} —铅的分子量，207.2 g/mol；

M_{PbSO_4} —硫酸铅的分子量，303.25 g/mol。

9 仪器刻度

9.1 取六个 100 mL 烧杯，分别加入 2 mL 铅载体溶液（5.22）、1 mL 铅-210 标准溶液（5.25）和 10 mL 盐酸溶液（5.3），充分搅拌，按照 7.2~7.3 步骤操作，制成标准样品源，在低本底 α/β 测量仪（6.1）上测量 β 计数率。

9.2 仪器探测效率按照公式（2）计算：

$$E = \frac{(N_s - N_b)}{60 \times Y \times A} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

E —仪器对铋-210的探测效率；

N_s —标准样品源的 β 计数率， min^{-1} ；

N_b —仪器本底的 β 计数率， min^{-1} ；

60—分钟转换为秒的系数；

Y —铅的化学回收率；

A —加入铅-210标准溶液的活度，Bq。

9.3 六个刻度样品均要在低本底 α/β 测量仪的每个探头上测量 2 h 以上，每个探头的探测效率取六次测量的平均值。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

水样中铅-210 放射性活度浓度 C_{pb} (Bq/L)，按照公式（3）进行计算。

$$C_{pb} = \frac{(N_x - N_b)}{60 \times Y \times E \times V} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

C_{pb} —铅-210的活度浓度，Bq/L；

N_x —样品源的 β 计数率， min^{-1} ；

N_b —仪器本底的 β 计数率， min^{-1} ；

60—分钟转换为秒的系数；

Y —铅的化学回收率；

E —仪器对铋-210的探测效率；

V —分析水样的体积，L。

10.2 结果表示

当测定结果小于 0.1 Bq/L 时，结果保留到小数点后三位，测定结果不小于 0.1 Bq/L 时，结果保留三位有效数字。不确定度计算参见附录 A.3。

11 准确度

11.1 精密度

6家实验室分别对活度为 0.153 Bq/L 和 1.76 Bq/L 的铅-210 标准样品进行了测定：

实验室内相对标准偏差分别为：2.1 %~9.1 %、0.8 %~5.4 %；

实验室间相对标准偏差分别为：13.5 %、3.8 %；

重复性限为：0.021 Bq/L、0.141 Bq/L；

再现性限为：0.061 Bq/L、0.226 Bq/L。

11.2 正确度

6家实验室分别对活度为 0.153 Bq/L 和 1.76 Bq/L 的铅-210 标准样品进行了测定：

相对误差分别为：0.7 %~25.5 %、0 %~6.8 %；

相对误差最终值分别为：(8.4±20.0) %、(2.7±11.4) %。

12 质量保证和质量控制

12.1 仪器质控

12.1.1 仪器本底泊松分布检验

仪器本底计数应满足泊松分布。每年至少进行一次本底计数的泊松分布检验，如果本底很低，可用一定活度的标准源代替。

选择一个工作日或一个工作单元（如完成一个或一组样品测量所需的时间）为检验的时间区间，在该时间区间内，测量 10~20 次相同时间间隔的本底计数，按照公式（4）计算 χ^2 的值，并在 χ^2 分布表中与选定显著水平的分位数进行比较，检验仪器本底计数的泊松分布。

$$\chi^2 = \frac{(n-1) \times S^2}{N} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

χ^2 —统计量值；

n —所测本底的次数；

S — n 次本底计数的标准偏差；

N — n 次本底计数的平均值，也是按泊松分布计算的本底计数的方差。

12.1.2 仪器本底、效率质量控制

使用质量控制图检验仪器的稳定性，以保证日常工作的一致性。

在仪器工作电压以及其他可调参数均固定不变的情况下，定期以固定的测量时间测量仪器的本底和参考源的计数率和效率，绘制仪器本底和效率质控图。

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 $\phi 25$ mm，表面粒子发射

率不少于 ($10^2 \sim 10^3$) 粒子数/ ($\text{min} \cdot 2\pi$)。

本底测量频次: 1 次/月, 测量时间取 60~240 min, 每次测量 3 次以上, 取算术平均值;

效率测量频次: 1 次/月, 测量时间取 5~10 min, 每次测量 3 次以上, 取算术平均值。

当积累 20 个以上数据后, 以计数率为纵坐标, 日期 (或测量次序) 为横坐标, 绘制质量控制图, 在平均值 \bar{n} 的上下各标出控制线 ($\bar{n} \pm 3\sigma$) 和警告线 ($\bar{n} \pm 2\sigma$)。若定期测量的本底计数率和效率在警告线内, 则表示仪器性能正常; 若本底计数率或效率超过控制线或两次连续同侧超过警告线, 则表示仪器可能不正常, 应及时寻找故障原因; 若测量结果长期 (连续 7 次) 偏于平均值一侧, 说明仪器性能发生系统偏差, 须绘制新的质量控制图。

12.2 样品质控

12.2.1 平行双样的测定

每批次 (≤ 20) 样品, 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。

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

式中:

y_1 —样品测量结果, Bq/L;

y_2 —平行样测量结果, Bq/L;

$U(y)$ —样品测量不确定度 (置信水平 95%), Bq/L。

12.2.2 加标回收率的测定

每批次 (≤ 20) 样品, 随机抽取 5%~10% 的样品, 加入一定量的铅-210 标准溶液 (每次加入的铅-210 总活度不得超过样品活度的 3 倍) 作加标回收率测定; 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% 之间, 也可按照公式 (6) 进行判断。

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

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_{lab} —实验室测量不确定度 (置信水平 95%), Bq;

U_{ref} —所加标准物质的不确定度 (置信水平 95%), Bq。

12.2.3 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。计算几个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的差异，若存在显著性差异，则采用实验室全过程空白试剂的本底计数率代替仪器本底计数率。

13 废物处理

实验中产生的废液或废渣应按有关要求安全处理。

14 注意事项

14.1 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，必要时可选择低水平的铅载体。

14.2 为了提高方法分析效率，可记录样品过柱的起止时间，在样品源放置 5 天后对其子体铋-210 进行 β 计数，并通过衰变校正推算铅-210 的放射性活度浓度，具体见附录 A.2。

14.3 采用冠醚树脂可实现铅-210/钋-210 联合测量，具体见附录 B。

14.4 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。

14.5 当样品本身稳定铅含量 >0.3 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)
正确使用本标准的说明

A.1 探测下限

方法探测下限 L_d (Bq/L) 可近似表示为式 (A.1) :

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

式中:

L_d —样品中铯-210 探测下限, Bq/L;

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

k_β —与探测放射性存在的预选置信度 ($1-\beta$) 相应的值;

N_b —仪器本底的 β 计数率, 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—铅的化学回收率, %;

E—仪器对铯-210 的探测效率, %;

V—分析水样的体积, L。

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

表A.1 α , K 值表

α	$1-\beta$	K	$2\sqrt{2}K$
0.01	0.99	2.326	6.58
0.02	0.98	2.082	5.89
0.05	0.95	1.645	4.65
0.10	0.90	1.282	3.63
0.20	0.80	0.877	2.48
0.50	0.50	0	0

若样品的计数率与本底接近, 按 95%置信度, 探测下限 L_d (Bq/L)可近似表示为式(A.2):

$$L_d = \frac{4.65 \sqrt{N_b}}{60 \times Y \times E \times V} \dots\dots\dots (A.2)$$

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 (min ⁻¹)	探测效率 (%)	取样量 (L)	探测下限 (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 的时间校正

铋-210 的生长因子按照公式 (A.3) 估算：

$$\eta = 1 - e^{-\lambda(t_2 - t_1)} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

η —铋-210 的生长因子；

λ —铋-210 的衰变常数， 1.60×10^{-6} ， $\lambda = 0.693/T$ ，T 为铋-210 的半衰期，5.01 d；

t_2 —样品测量的中间时刻；

t_1 —样品过柱的中间时刻。

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 、样品化学回收率的不确定度 u_3 、样品取样的不确定度 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 计算公式见式 (A.4)。

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

式中：

u_1 —由测量仪器统计计数引起的不确定度；

N_x —样品源的 β 计数率， min^{-1} ；

N_b —仪器本底的 β 计数率， min^{-1} ；

t_x —样品的测量时间， min ；

t_b —本底的测量时间， min 。

合成不确定度 u 按公式 (A.5) 计算：

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

扩展不确定度 U 由式 (A.6) 计算：

$$U = ku \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

U —扩展不确定度；

k —包含因子，一般为2，相应的置信度约为95%；

u —合成不确定度。

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 铅载体和 0.1Bq 钋-209 溶液，按照 7.2~7.3 的步骤操作。

B.1.2 洗涤：当滤液流至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：当洗涤溶液流至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：当钋解吸液流至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，解吸液用 100 mL 烧杯接收。

B.1.5 钋的自沉积：往烧杯中滴加 2~3 滴过氧化氢，在电热板上煮沸 3 min，待溶液稍冷后，加入 2~3 g 抗坏血酸和 0.5 mL 25% 的盐酸羟胺，再加入 30~40 mL 0.1 mol/L 盐酸，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 1~2 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 α 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：

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

式中：

C_{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计数；

A_b —钋-210 峰位对应感兴趣区的本底计数；

α_{po-209} —示踪剂钋-209 的活度，Bq；

A_s —钋-209 峰位对应感兴趣区的计数；

A_0 —钋-209 峰位对应感兴趣区的本底计数；

V —水样体积，L。