МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31864— 2012

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов

(ISO 9696:2007, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор» совместно с Закрытым акционерным обществом «Центр исследования и контроля воды»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1486-ст межгосударственный стандарт введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ISO 9696:2007 «Качество воды. Определение суммарной альфа-активности в несоленой воде. Метод концентрированного источника в части приготовления проб путем сульфатации солевого остатка» («Water quality — Measurement of gross alpha activity in non-saline water — Thick source method», NEQ).

Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51730—2001*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1486-ст ГОСТ Р 51730—2001 отменен с 1 января 2014 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Отбор проб . . . 3
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы . . . 3
6 Подготовка к выполнению измерений . . . 4
7 Выполнение измерений . . . 7
8 Обработка результатов определения . . . 7
9 Метрологические характеристики . . . 8
10 Оформление результатов определения . . . 9
11 Контроль качества результатов определения . . . 9
Приложение А (обязательное) Приготовление градуировочных источников и растворов . . . 10
Приложение Б (обязательное) Градуировка радиометра . . . 13
Приложение В (рекомендуемое) Контроль качества результатов определения . . . 15

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов

Drinking water.
Method for determination of summary specific radio-nuclei alpha-activity

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в питьевой, в том числе расфасованной в емкости, и природных (поверхностных и подземных) водах, в том числе в водах источников питьевого водоснабжения, в диапазоне 0,05—400 Бк/кг при объеме пробы не менее 1 $дм^3$. При определении суммарной удельной альфа-активности в пробе меньшего объема нижняя граница диапазона измерений пропорционально смещается в сторону увеличения своего значения.

Метод допускается применять для определения более высоких значений суммарной удельной альфа-активности радионуклидов разбавлением анализируемой пробы воды, но не более чем в 100 раз.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 17.1.5.05—85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9412—93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87** Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 31861—2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862—2012* Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ 32220—2013 Вода питьевая, расфасованная в емкости. Общие технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями и обозначениями физических величин:

3.1 **активность радионуклида *A*, Бк:** Отношение числа самопроизвольных превращений ядер ΔN данного радионуклида за время Δt, с, к этому интервалу времени

$$A = \Delta N/\Delta t. \quad (1)$$

3.2 **беккерель, Бк:** Единица активности, равная одному ядерному превращению в секунду.

3.3 **удельная (объемная) активность радионуклида:** Отношение активности радионуклида в радиоактивном образце к массе (объему) образца.

3.4 **альфа-активность радионуклида A_α, Бк:** Отношение числа испускаемых данным радионуклидом альфа-частиц ΔN_α за время Δt к этому интервалу времени

$$A_\alpha = \Delta N_\alpha/\Delta t. \quad (2)$$

3.5 **суммарная альфа-активность радионуклидов:** Сумма альфа-активностей всех радионуклидов, присутствующих в счетном образце.

3.6 **счетный образец:** Определенное количество солевого остатка, полученного из пробы и помещенного на подложку, предназначенное для измерений его радиационных параметров на радиометре.

3.7 **подложка:** Сосуд, предназначенный для размещения счетного образца, геометрические формы и размеры которого соответствуют применяемому радиометру.

3.8 **источник:** Подложка с размещенным в ней счетным образцом.

3.9 **поверхностная плотность счетного образца *d*, мг/см^2:** Отношение массы счетного образца m_c, мг, к площади поверхности подложки S, см^2, на которой размещен счетный образец

$$d = m_c/S. \quad (3)$$

3.10 **скорость счета фоновых импульсов *f*, с$^{-1}$:** Отношение количества зарегистрированных радиометром импульсов N_f, не связанных с альфа-частицами, от находящихся в измеряемом счетном образце радионуклидов за время регистрации t к этому интервалу времени

$$f = N_f/t. \quad (4)$$

3.11 **скорость счета импульсов с источником *n*, с$^{-1}$:** Отношение количества импульсов, зарегистрированных радиометром с размещенным в нем источником N_n, за время регистрации t к этому интервалу времени

$$n = N_n/t. \quad (5)$$

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 56237—2014 (ИСО 5667:2006) «Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах».

3.12 **скорость счета импульсов от счетного образца n_0, $с^{-1}$:** Разность скоростей счета импульсов с источником и фоновых импульсов

$$n_0 = n - f, \quad (6)$$

4 Отбор проб

Пробу воды отбирают по ГОСТ 31861, ГОСТ 31862 и ГОСТ 17.1.5.05 в полиэтиленовую канистру. Объем пробы должен быть не менее 1 $дм^3$. Канистры для отбора, хранения и транспортирования проб предварительно промывают разбавленной 1:1 азотной кислотой, водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

Пробу консервируют азотной кислотой из расчета 10 $см^3$ концентрированной кислоты на 1 $дм^3$ пробы воды или 20 $см^3$ разбавленной 1:1 кислоты на 1 $дм^3$ пробы воды. Если время от отбора до начала анализа пробы не более 4 ч, допускается не проводить ее консервирование.

Срок хранения законсервированных проб при температуре от 0 до 8 °С не более 4 сут.

Для воды, расфасованной в емкости, сроки и температурные условия хранения должны соответствовать требованиям ГОСТ 32220 на готовую продукцию.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Радиометр (альфа-радиометр или альфа-спектрометр, допускающий работу в режиме альфа-радиометра), обеспечивающий на нижней границе диапазона измерений суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в пробе погрешность не более 50 % при времени измерений не более 15 ч.

Стандартный образец (рабочий эталон) — раствор радионуклида ^{241}Am или ^{238}Pu с номинальным значением удельной активности 10^2—10^4 Бк/г и погрешностью аттестации не более ± 5 %. Допускается использовать градуировочные источники, изготовленные и аттестованные в специализированных организациях.

Весы лабораторные* с наибольшим пределом взвешивания 220 г, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,75 мг.

Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-10-2, 1-20-2, 1-100-2 или любого другого исполнения по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-2-5, 1-1-2-10, 1-1-2-20 или других типов исполнений по ГОСТ 29227 или пипетки с одной отметкой 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29169.

Емкость выпарительная из фторопласта или с фторопластовым покрытием вместимостью более 0,5 $дм^3$. Допускается использовать для предварительного выпаривания пробы емкости из термически и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла по ГОСТ 19908.

Чашки выпарительные из термически и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла по ГОСТ 19908, или фторопластовые, или с фторопластовым покрытием вместимостью 50—200 $см^3$.

Чашки (тигли) выпарительные из термически и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла по ГОСТ 19908, или фторопластовые, или с фторопластовым покрытием вместимостью 10—50 $см^3$.

Подложки из алюминиевой фольги или нержавеющей стали толщиной 0,15—0,25 мм, диаметром не менее 30 мм, глубиной не более 3 мм.

Пипетка полиэтиленовая вместимостью 1—5 $см^3$ с оттянутым носиком.

Канистра полиэтиленовая вместимостью не менее 1 $дм^3$.

Емкость полиэтиленовая с завинчивающейся крышкой вместимостью 50—100 $м^3$.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 мощностью до 1000 Вт.

Лампа инфракрасная мощностью от 250 до 500 Вт.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Марля по ГОСТ 9412 или вата по ГОСТ 5556.

Шпатель из алюминиевой фольги или нержавеющей стали толщиной 0,2—1,0 мм.

Палочка фторопластовая.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Холодильник бытовой любого типа.

Электропечь лабораторная муфельная, поддерживающая температуру от 300 до 800 °С с погрешностью не более ± 10 °С.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929.

Кальций сернокислый безводный, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание — Допускается применять другие средства измерений, оборудование и реактивы, в том числе импортные, с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Азотная кислота, разбавленная в соотношении 1:1

Один объем концентрированной азотной кислоты смешивают с одним объемом дистиллированной воды. Срок хранения раствора — не более 12 мес.

6.1.2 Раствор азотной кислоты концентрации 0,2 моль/дм^3

Для приготовления 1 дм^3 раствора 14 см^3 концентрированной азотной кислоты помещают в колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора — не более 12 мес.

6.1.3 Градуировочные растворы радионуклида

Градуировочные растворы радионуклида ^{241}Am или ^{238}Pu различной удельной активности готовят в соответствии с приложением А.

6.2 Подготовка выпарительных чашек, подложек и емкостей

Выпарительные чашки, подложки и емкости тщательно моют горячей водой с моющим средством, заливают в них раствор азотной кислоты по 6.1.2, выдерживают в нем не менее 2 ч, сливают раствор азотной кислоты, промывают дистиллированной водой и сушат. Подложки дополнительно протирают ватным или марлевым тампоном, смоченным в этиловом спирте, и сушат.

6.3 Подготовка радиометра

Радиометр подготавливают к работе и устанавливают режимы проведения измерений в соответствии с инструкцией (руководством) по эксплуатации.

6.4 Приготовление градуировочных источников

Градуировочные источники без носителя и различной концентрации носителя (сульфата кальция) готовят в соответствии с приложением А. Допускается использовать градуировочные источники, изготовленные и аттестованные в специализированных организациях.

6.5 Градуировка радиометра

Градуировку радиометра проводят в соответствии с приложением Б.

6.6 Измерение скоростей счета (количества) фоновых импульсов

6.6.1 Измерение скорости счета (количества) фоновых импульсов радиометра

В отсутствие источника на радиометре измеряют скорость счета (количество) фоновых импульсов при продолжительности измерения t не менее 1 ч. Скорость счета фоновых импульсов радиометра f_0, с$^{-1}$ (фон радиометра) рассчитывают по формуле (4).

Если результаты текущего f_0 и среднеарифметического трех предыдущих измерений скорости счета фоновых импульсов радиометра $\overline{f}_0$ отличаются более чем на 5 $(f_0/t)^{1/2}$, то дезактивируют измерительную камеру радиометра (см. 6.6.3). После дезактивации повторяют измерение скорости счета фоновых импульсов радиометра.

Скорость счета фоновых импульсов радиометра измеряют не реже одного раза в 10 сут.

6.6.2 Измерение скорости счета (количества) фоновых импульсов радиометра с подложкой

Внутреннюю и внешнюю поверхности подложки протирают марлевым или ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом, помещают подложку на штатное место в измерительной камере радиометра и измеряют скорость счета (количество) фоновых импульсов при продолжительности измерения t не менее 1 ч. Вычисляют скорость счета фоновых импульсов с подложкой (фон радиометра с подложкой) $f_{\text{п}}$, $с^{-1}$, по формуле (4).

Если результаты текущего $f_{\text{п}}$ и среднеарифметического трех предыдущих измерений скорости счета фоновых импульсов радиометра с подложкой $\overline{f}_{\text{п}}$ отличаются более чем на 5 $(f_{\text{п}}/t)^{1/2}$, то дезактивируют подложку (см. 6.6.3). После дезактивации повторяют измерение скорости счета фоновых импульсов радиометра с подложкой.

Скорость счета фоновых импульсов радиометра с подложкой измеряют перед приготовлением источника.

6.6.3 Дезактивация

Съемные части измерительной камеры радиометра и/или подложку помещают в емкость, приливают раствор азотной кислоты (см. 6.1.2) так, чтобы они были покрыты раствором, выдерживают в нем не менее 2 ч, сливают раствор азотной кислоты, промывают дистиллированной водой и высушивают.

Внутреннюю поверхность измерительной камеры радиометра протирают марлевым или ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом.

6.7 Приготовление источника для измерения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов

6.7.1 Для приготовления источника отобранную пробу или часть пробы воды переливают в выпарительную емкость. Необходимый для анализа объем пробы воды определяют, исходя из предполагаемой или предварительно оцененной суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в пробе. Рекомендуемый объем пробы — 1 $дм^3$. Для проведения минерализации пробы в выпариваемую часть пробы воды добавляют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, если не проводилось ее консервирование, и 20 $см^3$ пероксида водорода на 1 $дм^3$ пробы.

Подготовленную пробу выпаривают на электрической плитке до объема 30—100 $см^3$, не допуская кипения. Допускается выпаривать пробу другими способами, например на песчаной бане или при помощи роторного испарителя. Остаток после выпаривания полностью переносят из выпарительной емкости в предварительно взвешенную выпарительную чашку вместимостью 50—200 $см^3$. Дно и стенки выпарительной емкости промывают небольшими порциями раствора азотной кислоты (см. 6.1.2) и переносят в выпарительную чашку. Раствор в выпарительной чашке выпаривают до постоянной массы под инфракрасной лампой или на электрической плитке, не допуская кипения. Эти работы необходимо проводить в вытяжном шкафу. Допускается выпаривать пробу порциями. Для выпаривания пробы объемом не более 0,5 $дм^3$ допускается применять только выпарительную чашку вместимостью 50—200 $см^3$. Рекомендуется высушенную пробу поместить в эксикатор.

После охлаждения до комнатной температуры выпарительную чашку с солевым остатком взвешивают. Массу солевого остатка в выпарительной чашке m_0, г, рассчитывают по формуле

$$m_0 = m_{\text{в.с}} - m_{\text{в}}, \tag{7}$$

где $m_{\text{в.с}}$ — масса выпарительной чашки с солевым остатком, г;

$m_{\text{в}}$ — масса выпарительной чашки, г.

Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 1 мг.

6.7.2 При массе солевого остатка менее 0,5 г в выпарительную чашку, перемешивая, порциями приливают дистиллированную воду до образования суспензии. Суспензию переносят при помощи полиэтиленовой пипетки на предварительно взвешенную подложку. Носиком полиэтиленовой пипетки равномерно распределяют суспензию по всей поверхности подложки и выпаривают содержимое до постоянной массы под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании, не допуская кипения.

При неравномерном распределении остатка по дну подложки (определяют визуально) на подложку добавляют 1,0—1,5 $см^3$ этилового спирта, аккуратно перемешивают образовавшуюся суспензию носиком полиэтиленовой пипетки или тонкой фторопластовой палочкой, равномерно распределяя суспензию по всей поверхности подложки, и осторожно выпаривают этиловый спирт под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании, не допуская кипения.

После охлаждения подложку с солевым остатком взвешивают. Массу солевого остатка (счетного образца) m_c, г, рассчитывают по формуле

$$m_c = m_{и.с} - m_и, \quad (8)$$

где $m_{и.с}$ — масса подложки с солевым остатком, г;

$m_и$ — масса пустой подложки, г.

Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,5 мг.

Плотность счетного образца — 2,0 г/см^3.

6.7.3 При массе солевого остатка более 0,5 г его переносят на подложку при помощи шпателя следующим образом:

- если солевой остаток после высушивания по 6.7.1 находится во влажном состоянии, на подложку добавляют 0,5—1,0 см^3 этилового спирта и, аккуратно перемешивая шпателем образовавшуюся суспензию, равномерно распределяют ее по всей поверхности подложки. Осторожно выпаривают этиловый спирт под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании, не допуская кипения. Плотность счетного образца — 1,3 г/см^3;

- если солевой остаток после высушивания по 6.7.1 находится в сухом состоянии, его измельчают в выпарительной чашке при помощи фторопластового пестика до размеров зерен менее 1 мм (определяют визуально). Допускается измельчать твердый остаток, помещая его в конверт, сложенный из кальки или плотного листа писчей бумаги, при помощи пестика из фторопласта, металла, фарфора. После переноса солевого остатка при помощи шпателя на предварительно взвешенную подложку его уплотняют шпателем или пестиком с плоским торцом. При необходимости источник сушат под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании. Плотность счетного образца — 1,2 г/см^3.

После охлаждения до комнатной температуры источник взвешивают. Массу счетного образца рассчитывают по формуле (8). Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 1 мг.

При массе солевого остатка более 1 г его плотность рекомендуется определять, измеряя объем солевого остатка при помощи мерного цилиндра вместимостью 10 см^3.

Если объем солевого остатка превышает вместимость подложки, для приготовления счетного образца используют часть полученного солевого остатка.

6.7.4 Приготовление источника из проб воды путем сульфатации солевого остатка

Для приготовления источника отобранную пробу или часть пробы воды переливают в выпарительную емкость. Необходимый для анализа объем пробы воды определяют, исходя из предполагаемой или предварительно оцененной суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в пробе. Для проведения минерализации пробы в выпариваемую часть пробы воды добавляют 20 см^3 концентрированной азотной кислоты, если не проводилось ее консервирование на 1 дм^3 пробы.

Подготовленную пробу выпаривают на электрической плитке до объема 50 см^3, не допуская кипения. Дают пробе остыть до комнатной температуры, полностью переносят остаток из выпарительной емкости в предварительно взвешенную выпарительную чашку вместимостью от 50 до 200 см^3. Дно и стенки выпарительной емкости промывают небольшими порциями раствора азотной кислоты (см. 6.1.2) и переносят в выпарительную чашку. В раствор выпарительной чашки добавляют (1,0 ± 0,2) см^3 серной кислоты (этого количества серной кислоты обычно достаточно для сульфатации 1,8 г карбоната кальция), после чего выпаривают на электрической плитке, не допуская кипения, до появления паров серной кислоты (предварительное упаривание можно проводить под инфракрасной лампой). Эти работы необходимо проводить в вытяжном шкафу.

После прекращения выделения паров серной кислоты выпарительную чашку переносят в муфельную печь и прокаливают при температуре (350 ± 10) °С в течение 1 ч, после чего дают остыть, не вынимая из нее.

После охлаждения до комнатной температуры выпарительную чашку с солевым остатком взвешивают. Массу солевого остатка в выпарительной чашке m_0, г, рассчитывают по формуле (7).

Если солевой остаток после высушивания находится в сухом состоянии, его измельчают в выпарительной чашке при помощи фторопластового пестика до размеров зерен менее 1 мм (определяют визуально). Допускается измельчать твердый остаток, помещая его в конверт, сложенный из кальки или плотного листа писчей бумаги, при помощи пестика из фторопласта, металла, фарфора.

Солевой остаток количественно переносят на дно подложки, добавляют 1,0—1,5 см^3 этилового спирта, аккуратно перемешивают образовавшуюся суспензию носиком полиэтиленовой пипетки или

тонкой фторопластовой палочкой, равномерно распределяя суспензию по всей поверхности подложки, и осторожно выпаривают этиловый спирт под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании, не допуская кипения.

После охлаждения подложку с солевым остатком взвешивают. Массу солевого остатка (счетного образца) m_c, г, рассчитывают по формуле (8).

Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,5 мг.

Плотность счетного образца — 2,0 г/см^3.

7 Выполнение измерений

Источник, подготовленный по 6.7, помещают в измерительную камеру радиометра, измеряют скорость счета (количество) импульсов с источником и вычисляют результат измерений.

Для расчета требуемой продолжительности времени измерений $t_и$ проводят измерения не менее 15 мин и обрабатывают результаты измерений (см. 9.2—9.5). При необходимости повторно проводят измерения источника при времени измерения $t_и$.

Измерение должно быть закончено не позднее чем через 15 ч после приготовления источника.

При использовании компьютерных систем сбора и обработки аналитической информации данные об источнике и результаты измерений фоновых импульсов и источника заносят в память компьютера (на магнитный носитель электронно-вычислительной машины).

8 Обработка результатов определения

8.1 Суммарную альфа-активность радионуклидов в счетном образце A_α, Бк, рассчитывают по формуле

$$A_\alpha = \frac{n_0 \cdot m_0}{\varepsilon \cdot m_c}, \qquad (9)$$

где n_0 — скорость счета импульсов от счетного образца, с$^{-1}$, вычисленная по формуле (6);

m_0 — масса солевого остатка в выпарительной чашке, г;

ε — эффективность регистрации, вычисленная по приложению Б;

m_c — масса счетного образца, г.

После измерений по разделу 7 рекомендуется снова взвесить источник. За массу счетного образца принимают среднеарифметическое результатов масс, рассчитанных по формуле (8), до и после измерений образца на радиометре.

8.2 Плотность пробы анализируемой воды $\rho_в$, г/см^3 (кг/дм^3), рассчитывают по формуле

$$\rho_в = \frac{1000 + m_0}{V}, \qquad (10)$$

где 1000 — масса 1 дм^3 воды, г;

m_0 — масса солевого остатка в выпарительной чашке, г;

V — объем пробы анализируемой воды, использованный для приготовления счетного образца, см^3.

При содержании солей в пробах воды до 20 г/дм^3 плотность воды при вычислении суммарной удельной альфа-активности принимается равной 1,00 кг/дм^3.

8.3 Суммарную удельную альфа-активность радионуклидов в анализируемой пробе воды a_α, Бк/кг, рассчитывают по формуле

$$a_\alpha = \frac{A_\alpha}{V \cdot \rho_в}, \qquad (11)$$

где A_α — суммарная альфа-активность радионуклидов в счетном образце, Бк;

V — объем пробы воды, дм^3;

$\rho_в$ — плотность пробы воды, г/см^3 (кг/дм^3).

9 Метрологические характеристики

9.1 Границы допустимых значений относительной погрешности измерений суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в анализируемой пробе воды при вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерения, Бк/кг	Показатель точности (границы* допускаемой относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,05 до 1,0 включ. Св. 1,0 до 400 включ.	50 35
* Установленные численные значения границ допускаемой относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности $U_{отн.}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$.	

9.2 Относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) скорости счета (количества) импульсов от счетного образца $S(n_0)$ рассчитывают по формуле

$$S(n_0) = (N_п + N_ф)^{1/2} \cdot (N_п - N_ф)^{-1}, \quad (12)$$

где $N_п$ — количество импульсов, зарегистрированных радиометром с источником за время t, рассчитанное по формуле

$$N_п = n \cdot t,$$

где n — скорость счета импульсов с источником, $с^{-1}$;

$N_ф$ — количество фоновых импульсов с источником за время t, рассчитанное по формуле

$$N_ф = f \cdot t,$$

где f — скорость счета фоновых импульсов, $с^{-1}$.

Значения $N_п$ и $N_ф$ рассчитывают для времени, при котором проводилось измерение скорости счета (количества) импульсов с источником $t = t_и$. Для расчета требуемой продолжительности времени измерений $t_и$ по формуле (18) значения $N_п$ и $N_ф$ вычисляют для времени t, равного 1 ч.

9.3 Скорость счета фоновых импульсов с источником f, $с^{-1}$, рассчитывают по формулам

$$f = (1 - K_ф) \cdot f_0 + K_ф \cdot f_п \text{ для } (R - l - d) > 0, \quad (13)$$

$$f = f_0 \text{ для } (R - l - d) \le 0, \quad (14)$$

где f_0 — скорость счета фоновых импульсов радиометра, $с^{-1}$;

$f_п$ — скорость счета фоновых импульсов радиометра с подложкой, $с^{-1}$;

$$K_ф = (R - l - d) \cdot R^{-1},$$

где R — средняя длина пробега альфа-частиц, испускаемых радионуклидами, $мг/см^2$;

l — суммарная поверхностная плотность слоя воздуха и входного окна детектора, $мг/см^2$;

d — поверхностная плотность счетного образца, $мг/см^2$, рассчитанная по формуле (3).

Значения параметров R и l вычисляют, как указано в приложении Б.

9.4 Границу суммарной относительной неисключенной систематической погрешности измерений θ рассчитывают по формуле

$$\theta = [0,83\ (\delta_г)^2 + 0,079]^{1/2}, \quad (15)$$

где $\delta_г$ — полная относительная погрешность градуировки радиометра, рассчитанная, как указано в приложении Б;

0,83 — множитель, соответствующий доверительной вероятности $P = 0,95$;

0,079 — квадрат суммарного значения эмпирических величин, учитывающих возможные неоднородности распределения радионуклидов в счетном образце и отличие энергий альфа-частиц, испускаемых этими радионуклидами, от средней энергии альфа-частиц, испускаемых радионуклидами в градуировочных источниках.

9.5 Расчетную относительную погрешность измерений суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в анализируемой пробе воды $\delta_р$ рассчитывают по формуле

$$\delta_р = t_\Sigma \cdot S_\Sigma, \tag{16}$$

где $S_\Sigma = \left[\left(S(n_0)\right)^2 + \frac{\theta^2}{3}\right]^{1/2}$.

Примечание — Для оценки $\delta_р$ допускается проводить расчеты при $\frac{\theta^2}{3} = 0{,}03$;

t_Σ — коэффициент, соответствующий 5%-ному уровню значимости композиции распределений случайных и неисключенных систематических погрешностей. Для оценки $\delta_р$ допускается проводить рассчеты при $t_\Sigma = 2$.

Если $\delta_р \le 0{,}01\delta$, рассчитывают погрешность измерения Δ, Бк/кг, суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в анализируемой пробе воды по формуле

$$\Delta = 0{,}01\delta a_\alpha, \tag{17}$$

где δ — характеристика погрешности (границы допустимых значений относительной погрешности) определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов, % (см. таблицу 1);

a_α — суммарная удельная альфа-активность радионуклидов в анализируемой пробе воды, Бк/кг.

Если $\delta_р > 0{,}01\delta$, выполняют повторное измерение по разделу 7 при продолжительности измерения $t_и$, ч, равном

$$t_и \ge K_и \left(S(n_0)\right)^2, \tag{18}$$

где $K_и$ — коэффициент пересчета, равный 15 в диапазоне измерений 0,05—1,0 Бк/кг и равный 25 в диапазоне измерения свыше 1,0 Бк/кг;

$S(n_0)$ — ОСКО скорости счета (количества) импульсов от счетного образца.

10 Оформление результатов определения

Результаты измерений регистрируют в протоколе, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025, при этом протокол должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результат определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в анализируемой пробе воды a_α, Бк/кг, представляют в виде

$$a_\alpha \pm \Delta, \tag{19}$$

где Δ — абсолютная погрешность определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в пробе воды, Бк/кг, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

11 Контроль качества результатов определения

Качество результатов определения контролируют не реже одного раза в 3 мес. (см. приложение В).

Приложение А
(обязательное)

Приготовление градуировочных источников и растворов

А.1 Приготовление градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) удельной активностью от 100 до 500 Бк/г

Градуировочный раствор радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) удельной активностью от 100 до 500 Бк/г готовят на основе стандартного образца (рабочего эталона) — раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) (далее — эталонного раствора) номинальной удельной активностью от 50 до 10^4 Бк/г разбавлением эталонного раствора раствором азотной кислоты (см. 6.1.2) в емкости вместимостью 50—100 см^3, изготовленной из полимерного материала с завинчивающейся крышкой. Емкость маркируют и взвешивают. Необходимый объем эталонного раствора V_0, см^3, для получения требуемой удельной активности градуировочного раствора рассчитывают по формуле

$$V_0 = \frac{a_r V_r}{a_0}, \qquad (А.1)$$

где a_r — удельная активность градуировочного раствора, Бк/г;

V_r — объем приготавливаемого градуировочного раствора, см^3;

a_0 — удельная активность эталонного раствора, Бк/г.

Пипеткой отбирают аликвотную часть эталонного раствора радионуклида объемом V_0, см^3, переносят в емкость из полимерного материала и взвешивают. Массу отобранной части эталонного раствора m_0, мг, определяют по разности масс емкости из полимерного материала с отобранной частью эталонного раствора и этой емкости.

Мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 отмеряют объем азотной кислоты (см. 6.1.2), равный ($V_r - V_0$), см^3, переливают его в маркированную емкость с частью эталонного раствора и взвешивают. Емкость плотно закрывают завинчивающейся крышкой и раствор тщательно перемешивают взбалтыванием.

Удельную активность полученного градуировочного раствора a_r, Бк/г, рассчитывают по формуле

$$a_r = \frac{a_0 \cdot m_0}{m_r}, \qquad (А.2)$$

где a_0 — удельная активность эталонного раствора, Бк/г;

m_0 — масса эталонного раствора, г;

m_r — масса градуировочного раствора, г, определяемая по разности масс емкости из полимерного материала с градуировочным раствором и этой емкости.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости из полимерного материала — не более 6 мес.

А.2 Приготовление градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) удельной активностью a_r = (0,100 ± 0,005) Бк/г

Градуировочный раствор готовят из градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.1, с использованием емкости из полимерного материала с завинчивающейся крышкой разбавлением (по массе) раствором азотной кислоты (см. 6.1.2). Срок хранения приготовленного раствора в плотно закрытой полиэтиленовой посуде — не более 6 мес.

А.3 Приготовление градуировочного источника с радионуклидом ^{241}Am (^{238}Pu) без носителя активностью от 100 до 500 Бк

Поверхность подложки протирают ватным или марлевым тампоном, смоченным этиловым спиртом, и высушивают под инфракрасной лампой, затем взвешивают, определяя массу пустой подложки.

В подложку помещают 1 см^3 градуировочного раствора ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.1, и взвешивают. Массу градуировочного раствора m_A, г, определяют по разности масс подложки с градуировочным раствором и пустой подложки.

Активность A_0, Бк, радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), внесенного в подложку, рассчитывают по формуле

$$A_0 = a_r \cdot m_A, \qquad (А.3)$$

где a_r — удельная активность градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), Бк/г, приготовленного по А.1;

m_A — масса градуировочного раствора, г.

Равномерно распределяют раствор по поверхности подложки и выпаривают под инфракрасной лампой, не доводя его до кипения.

После остывания до комнатной температуры подложку с содержимым взвешивают. Массу счетного образца градуировочного источника $m_{г.и}$, г, определяют по разности масс подложки со счетным образцом и пустой подложки.

Активность счетного образца градуировочного источника без носителя $A_{г.и}$, Бк, равна активности A_0, Бк.

Поверхностную плотность счетного образца градуировочного источника $d_{г.и}$, мг/см^2, рассчитывают по формуле

$$d_{г.и} = \frac{m_{г.и}}{S}, \quad (A.4)$$

где $m_{г.и}$ — масса счетного образца градуировочного источника, мг;

S — площадь дна подложки, см^2.

Плотность счетного образца — 2 г/см^3.

Срок годности градуировочного источника — 1,5 года со дня изготовления.

А.4 Приготовление градуировочного источника с радионуклидом ^{241}Am (^{238}Pu) с носителем (сульфатом кальция) с различной поверхностной плотностью и активностью от 100 до 500 Бк

Готовят градуировочные источники с носителем (сульфатом кальция) расчетной поверхностной плотностью (10 ± 2), (20 ± 2), (30 ± 2), (40 ± 2), (60 ± 4), (80 ± 4), (100 ± 4), (150 ± 10) и (200 ± 10) мг/см^2.

Допускается изготовлять не более восьми градуировочных источников с носителем разной поверхностной плотности.

При глубине подложки менее 2 мм допускается изготовлять не более шести градуировочных источников с носителем разной поверхностной плотности, наилучшим образом характеризующим поверхностную плотность счетного образца, приготовленного из анализируемой воды.

Выпарительную чашку вместимостью 10—50 см^3 тщательно моют горячей водой с моющим средством, затем протирают ее ватным или марлевым тампоном, смоченным этиловым спиртом, сушат под инфракрасной лампой и взвешивают, определяя массу пустой выпарительной чашки.

В выпарительную чашку помещают навеску сульфата кальция (сернокислого кальция) массой m_{Ca}, мг, равную

$$m_{Ca} = d_p \cdot S, \quad (A.5)$$

где S — площадь дна подложки, см^2;

d_p — расчетная поверхностная плотность счетного образца градуировочного источника с носителем, мг/см^2.

В выпарительную чашку с сульфатом кальция добавляют дистиллированную воду до полного смачивания порошка и тщательно перемешивают полученную смесь. Взвешивают выпарительную чашку с сульфатом кальция и дистиллированной водой, определяя ее массу.

В выпарительную чашку с сульфатом кальция и дистиллированной водой вносят 1 см^3 градуировочного раствора ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.1, тщательно перемешивают полученную суспензию, взвешивают ее, определяя массу выпарительной чашки с суспензией. Массу градуировочного раствора m_A в граммах определяют по разности масс выпарительной чашки с суспензией и выпарительной чашки с сульфатом кальция и дистиллированной водой.

Рассчитывают активность внесенного раствора радионуклида A_0, Бк, по формуле (А.3).

Суспензию выпаривают под инфракрасной лампой до постоянной массы, не доводя до кипения. После остывания до комнатной температуры выпарительную чашку с содержимым взвешивают. Массу солевого остатка m_c, г, определяют по разности масс выпарительной чашки с содержимым и пустой выпарительной чашки. С помощью шпателя измельчают солевой остаток в чашке.

Поверхность подложки протирают ватным или марлевым тампоном, смоченным этиловым спиртом. Сушат подложку под инфракрасной лампой. Взвешивают пустую подложку.

Солевой остаток из выпарительной чашки переносят в подложку при помощи шпателя. Размещают его ровным слоем по всей поверхности дна подложки и уплотняют с помощью шпателя.

Взвешивают подложку с содержимым. Массу солевого остатка (счетного образца градуировочного источника) $m_{г.и}$ в граммах определяют по разности масс подложки со счетным образцом и пустой подложки.

Приливают в подложку 3—5 капель этилового спирта и сушат источник под инфракрасной лампой, не доводя до кипения.

Активность счетного образца градуировочного источника $A_{г.и}$, Бк, рассчитывают по формуле

$$A_{г.и} = \frac{A_0 \cdot m_{г.и}}{m_c}, \quad (A.6)$$

где A_0 — активность радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), внесенного в подложку, Бк, рассчитанная по формуле (А.3);

$m_{г.и}$ — масса счетного образца градуировочного источника, г;

m_c — масса солевого остатка в выпарительной чашке, г.

Поверхностную плотность счетного образца градуировочного источника $d_{г.и}$, мг/см^2, рассчитывают по формуле (А.4).

Плотность счетного образца градуировочного источника — 1,1 г/см^3.

Приготовленные градуировочные источники маркируют.

Срок годности градуировочных источников с носителем (сульфатом кальция) — 1,5 года со дня изготовления. Градуировочные источники следует хранить в закрытой емкости, исключающей механические повреждения.

Допускается использовать градуировочные источники, приготовленные и аттестованные специализированными предприятиями.

А.5 Контроль альфа-активности применяемых реактивов

Готовят градуировочный источник с носителем (сульфатом кальция) расчетной поверхностной плотностью (200 ± 10) мг/см^2 (см. А.4), но без внесения градуировочного раствора ^{241}Am (^{238}Pu), и проводят измерения по 6.6.2.

Если результаты текущего I_c и среднеарифметического трех предыдущих измерений скорости счета фоновых импульсов радиометра с подложкой $\overline{I}_c$ отличаются более чем на 5 $(I_c/t)^{1/2}$ и/или альфа-активность радионуклидов в применяемых реактивах более 0,05 Бк, заменяют используемые реактивы и повторяют измерение скорости счета (количества) фоновых импульсов подложки с реактивами.

Приложение Б
(обязательное)

Градуировка радиометра

Б.1 Радиометр градуируют для определения зависимости эффективности регистрации альфа-частиц от поверхностной плотности источника. Градуировку выполняют с помощью градуировочных источников разной поверхностной плотности.

Б.2 Проводят измерения по 6.6.2 и разделу 7 с градуировочными источниками, приготовленными по А.3 и А.4 (приложение А). Продолжительность измерений с градуировочными источниками выбирают такой, чтобы суммарное число зарегистрированных импульсов составляло не менее 5000.

Б.3 Для каждого из измеренных градуировочных источников активность его счетного образца на дату выполнения измерений $A(t)$, Бк, рассчитывают по формуле

$$A(t) = A_{г.и} \cdot e^{-0,6931 \cdot t/T}, \quad (Б.1)$$

где $A_{г.и}$ — активность счетного образца каждого градуировочного источника на дату его изготовления, Бк, рассчитанная по приложению А;

t — интервал времени от изготовления источника до его измерения, годы;

T — период полураспада радионуклида (для ^{241}Am T = 432,2 года, для ^{238}Pu T = 87,74 года);

e — основание натурального логарифма.

Б.4 Для каждого из измеренных градуировочных источников рассчитывают эффективность регистрации ε_0 и случайную погрешность ее определения $\delta\varepsilon_0$ по формулам

$$\varepsilon_0 = \frac{n_0}{v \cdot A(t)}, \quad (Б.2)$$

$$\delta\varepsilon_0 = 1,96 \cdot S(n_0), \quad (Б.3)$$

где $S(n_0)$ — ОСКО скорости счета (количества) импульсов от счетного образца градуировочного источника, вычисленное по формуле (12);

n_0 — скорость счета импульсов счетного образца градуировочного источника, $с^{-1}$;

v — доля, которую составляет альфа-распад по отношению ко всем видам ядерных превращений радионуклида (для ^{241}Am v = 0,98, для ^{238}Pu v = 1,00);

$A(t)$ — активность счетного образца градуировочных источников на дату выполнения измерений, Бк;

1,96 — коэффициент, отвечающий доверительной вероятности P = 0,95.

Б.5 Абсолютную погрешность измеренной эффективности регистрации $\Delta\varepsilon_0$ рассчитывают по формуле

$$\Delta\varepsilon_0 = \varepsilon_0 \cdot \delta\varepsilon_0, \quad (Б.4)$$

где ε_0 — эффективность регистрации счетного образца каждого градуировочного источника;

$\delta\varepsilon_0$ — случайная погрешность эффективности регистрации счетного образца каждого градуировочного источника.

Б.6 Варьируя значения параметров R, l, α_1 и α_2, находят такие, при которых выражение Б.5 становится минимальным

$$F(R, l, \alpha_1, \alpha_2) = \Sigma [(\varepsilon_0 - \varepsilon)/\Delta\varepsilon_0]^2, \quad (Б.5)$$

где $\Delta\varepsilon_0$ — абсолютная погрешность измеренной эффективности регистрации счетного образца каждого градуировочного источника;

ε — эффективность регистрации счетного образца каждого измеряемого источника, рассчитанная по формулам:

$$\varepsilon = \alpha_1 \cdot (1 + 0,01 \cdot \alpha_2 \cdot d/\rho) \cdot (R - l - 0,5 \cdot d + 0,00129 \cdot d/\rho) \cdot R^{-1} \text{ для } (R - l - d) > 0, \quad (Б.6)$$

$$\varepsilon = 0,5 \cdot \alpha_1 \cdot (1 + 0,01 \cdot \alpha_2 \cdot d/\rho) \cdot (R - l + 0,00129 \cdot d/\rho)^2 \cdot R^{-1} \cdot d^{-1} \text{ для } (R - l - d) \le 0, \quad (Б.7)$$

где α_1 — телесный угол от поверхности подложки площадью S, на которой размещен счетный образец, на детектор в долях 4π;

α_2 — поправочный коэффициент, учитывающий изменение телесного угла при увеличении поверхностной плотности источника;

d — поверхностная плотность счетного образца, мг/см^2;

ρ — плотность счетного образца, г/см^3;

R — средняя длина пробега альфа-частиц в сульфате кальция, испускаемых радионуклидом, использованным при градуировке радиометра, равная 6,22 мг/см^2;

l — суммарная поверхностная плотность слоя воздуха и входного окна детектора, мг/см^2.

Для оценки значения величины ($R - l - d$) допускается проводить вычисления при значении l, рассчитываемым по формуле

$$l = 0{,}129 \cdot h + l_1, \qquad (Б.8)$$

где h — расстояние от дна подложки до входного окна детектора альфа-излучения, мм;

l_1 — поверхностная плотность входного окна детектора, мг/см^2.

Допускается рассчитывать эффективность регистрации счетного образца источника, приготовленного из анализируемой пробы воды, на основании градуировочной зависимости эффективности регистрации счетных образцов градуировочных источников e_0 от поверхностной плотности счетных образцов этих градуировочных источников d.

Б.7 Случайную относительную погрешность градуировки радиометра δ_c рассчитывают по формуле

$$\delta_c = t_c \cdot \left[\left(n_и \cdot (n_и - 1) \right)^{-1} \cdot \Sigma X_n^2 \right]^{1/2}, \qquad (Б.9)$$

где t_c — коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности $P = 0{,}95$ при числе степеней свободы $n - 1$;

$n_и$ — количество градуировочных источников;

$X_n = (\varepsilon_U - \varepsilon)/\varepsilon$.

Б.8 Полную относительную погрешность градуировки радиометра $\delta_г$ рассчитывают по формуле

$$\delta_г = \left[(\delta_c)^2 + (1{,}1 \cdot \delta_a)^2 \right]^{1/2}. \qquad (Б.10)$$

где δ_a — относительная погрешность удельной активности рабочего эталона 1-го разряда — раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), приведенная в свидетельстве об его аттестации ($\delta_a \le 0{,}05$).

Для оценки полной относительной погрешности градуировки радиометра $\delta_г$ допускается проводить вычисления при значении величины $\delta_c = 0{,}1$.

Б.9 Градуировку радиометра выполняют не реже одного раза в три года, а также при изменении диаметра или глубины подложки, изменении расстояния от дна подложки до детектора.

Приложение В
(рекомендуемое)

Контроль качества результатов определения

В.1 Контроль качества результатов определения выполняют не реже одного раза в 3 мес., используя контрольную пробу воды, приготовленную следующим образом: к 1 дм^3 дистиллированной воды добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты, 20 см^3 пероксида водорода, (200 ± 20) мг сернокислого кальция и 2 см^3 градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.2 (приложение А).

Из контрольной пробы воды готовят контрольный источник по 6.7 и выполняют измерения в соответствии с разделом 7. Обработку результатов измерений проводят по разделу 8 и рассчитывают измеренную суммарную альфа-активность радионуклидов в счетном образце контрольного источника A_{α}, Бк.

В.2 Действительное значение суммарной альфа-активности радионуклидов в контрольной пробе $A_к$, Бк, рассчитывают по формуле

$$A_к = \rho_г \cdot V_г \cdot a_г, \quad (В.1)$$

где $\rho_г$ — плотность градуировочного раствора. Для расчета $A_к$ плотность градуировочного раствора считают равной 1,0 г/см^3;

$V_г$ — объем градуировочного раствора, см^3;

$a_г$ — удельная активность градуировочного раствора, Бк/г, приготовленного по А.2 (приложение А).

В.3 Рассчитывают относительное отклонение δ_A, %, измеренного значения суммарной альфа-активности радионуклидов в счетном образце контрольного источника от его действительного значения по формуле

$$\delta_A = \frac{100(A_{\alpha} - A_к)}{A_к}, \quad (В.2)$$

где A_{α} — измеренная суммарная альфа-активность радионуклидов в счетном образце контрольного источника, Бк, рассчитанная по формуле (11);

$A_к$ — действительное значение суммарной альфа-активности радионуклидов в контрольной пробе, Бк.

Значение δ_A не должно превышать значения относительной погрешности (границы допустимых значений относительной погрешности) измерений δ, %, указанного в таблице 1.

Если это условие не выполняется, то проверяют техническое состояние радиометра, правильность подготовки счетного образца контрольного источника, проведения измерений, использования градуировочного раствора и повторяют процедуру контроля качества. При повторном получении неудовлетворительного результата проводят градуировку радиометра.

УДК 63.6:543.3:006.354 МКС 13.060.60 17.240 ТН ВЭД 220100000 220110000 NEQ

Ключевые слова: питьевая вода, суммарная удельная альфа-активность, альфа-радиометр, определение альфа-активности радионуклидов

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 11.03.2019. Подписано в печать 15.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2.33. Уч.-изд. л. 1,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru