ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59069— 2020

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Гамма-спектрометрический метод определения удельной активности радионуклида радон-222

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской ассоциацией водоснабжения и водоотведения (РАВВ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 октября 2020 г. № 730-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2020

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 Требования безопасности . . . 2
5 Отбор проб . . . 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы . . . 2
7 Подготовка к выполнению измерений . . . 3
8 Выполнение измерений . . . 4
9 Обработка результатов измерений . . . 6
10 Метрологические характеристики . . . 6
11 Контроль точности результатов измерений . . . 7
12 Форма представления результатов измерений . . . 7
Приложение А (обязательное) Приготовление градуировочных гамма-источников . . . 8
Приложение Б (рекомендуемое) Градуировка гамма-спектрометра по эффективности регистрации гамма-квантов . . . 10
Приложение В (рекомендуемое) Схема установки для извлечения радона из пробы воды . . . 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Гамма-спектрометрический метод определения удельной активности радионуклида радон-222

Drinking water. Gamma-spectrometric method for determination of specific activity of radionuclide radon-222

Дата введения — 2021—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевые, в том числе упакованные в емкости, воды и природные (поверхностные и подземные) воды, в том числе минеральные воды, и устанавливает гамма-спектрометрический метод определения удельной (объемной) активности радионуклида ^{222}Rn в воде в диапазоне от 2 до 4000 Бк/кг (Бк/дм^3).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6217 Уголь активный древесный дробленый. Технические условия

ГОСТ 7995 Краны соединительные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12162 Двуокись углерода твердая. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ 26874 (СТ СЭВ 5053—85) Спектрометры энергий ионизирующих излучений. Методы измерения основных параметров

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

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

ГОСТ 30813 Вода и водоподготовка. Термины и определения

ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 30813, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **счетный образец:** Определенное количество подготовленного образца, полученного из пробы и предназначенного для измерений его радиационных параметров на спектрометре.

3.2

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

[ГОСТ 31864—2012, пункт 3.7]

3.3

источник: Подложка с размещенным в ней счетным образцом.

[ГОСТ 31864—2012, пункт 3.8]

4 Требования безопасности

Меры безопасности при работе с источниками ионизационного излучения должны соответствовать требованиям норм радиационной безопасности.

5 Отбор проб

5.1 Основные требования к отбору проб — по ГОСТ 31861. Отбор пробы воды проводят в стеклянную емкость вместимостью 1—2 $дм^3$.

5.2 Пробу воды из водоема отбирают, опуская емкость непосредственно в водоем. Набирают воду до полного заполнения емкости. Емкость с пробой воды опрокидывают вверх дном, сливают около 50 $см^3$ воды и плотно закрывают.

5.3 Отбор пробы воды из-под крана выполняют, заполняя емкость струей воды слабого напора, не допуская дробления струи и образования мелких капель воды внутри емкости. Заполнение емкости выполняют до тех пор, пока объем воздуха в ней не останется около 50 $см^3$, и плотно закрывают емкость.

5.4 Рекомендуется при отборе проб использовать устройство для барботирования воды.

5.5 Емкости с отобранной пробой воды транспортируют в перевернутом вниз крышкой виде или в горизонтальном положении. Если пробы не подкисляли на месте отбора по ГОСТ 31861, то их хранят не более 24 ч при температуре 2 °С — 8 °С.

5.6 Пробы воды, предназначенной для расфасовывания в емкости, отбирают на месте розлива воды.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Полупроводниковый гамма-спектрометр с диапазоном измеряемых энергий от 50 до 3000 кэВ и с энергетическим разрешением:

- по гамма-линии радионуклида ^{57}Co с энергией 122 кэВ — не более 2 кэВ;
- по гамма-линии радионуклида ^{60}Co с энергией 1333 кэВ — не более 3,5 кэВ.

Стандартные образцы, рабочие эталоны, образцовые растворы радионуклидов (далее — СО) с удельной активностью 10^2—10^5 Бк/г и погрешностью аттестации не более 5 %.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом взвешивания не менее 210 г и погрешностью взвешивания не более 1 мг.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 25, 100, 1000 или 2000 $см^3$.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 или дозаторы пипеточные переменного объема с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311.

Колба мерная по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 $см^3$.

Емкости стеклянные для отбора проб вместимостью 1—2 $дм^3$.

Ротаметр, позволяющий контролировать расход воздуха (0,10 ± 0,02) $дм^3$/мин.

Термос вместимостью 0,2—0,5 $дм^3$ или стакан из термостойкого стекла с термоизоляцией (например, асбестовое волокно).

Устройство для барботирования воды (см. 7.2.2).

Насос, обеспечивающий расход воздуха (0,10 ± 0,02) $дм^3$/мин, например водоструйный по ГОСТ 25336.

Краны стеклянные по ГОСТ 7995 и/или зажимы для трубок.

Трубка U-образная из термостойкого стекла или кварца типа ТХ-U, исполнение 2 или 3, высотой 100 или 150 мм по ГОСТ 25336.

Поглотитель Рихтера по ГОСТ 25336.

Сито лабораторное 1—2 мм по ГОСТ Р 51568.

Стекловолокно.

Подложка, предназначенная для размещения счетного образца, геометрические формы и размеры которого соответствуют применяемому спектрометру, как правило, изготовленная из алюминиевой фольги толщиной 0,15—0,25 мм, с внутренним диаметром не менее 35 мм, глубиной не более 3 мм.

Измерительная чашка (измерительный источник) — подложка с приклеенной крышкой в виде круга диаметром не менее внешнего диаметра измерительной чашки, изготовленная из алюминиевой фольги толщиной около 0,15—0,25 мм.

Лампа инфракрасная мощностью 250—500 Вт.

Емкость пластмассовая или стеклянная вместимостью 100 $см^3$.

Тампон марлевый или ватный.

Палочка из теплоизолирующего материала.

Воронка типа В, диаметром 56 мм и более по ГОСТ 25336.

Чашка из фторопласта вместимостью 10—20 $см^3$.

Шпатель.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч. или ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или по ГОСТ 14262.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Уголь активированный по ГОСТ 6217, БАУ-А или БАУ-МФ.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Азот жидкий по ГОСТ 9293 или сухой лед по ГОСТ 12162.

Примечание — Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают 200 $см^3$ дистиллированной воды, затем мерным цилиндром или дозатором отмеряют 14 $см^3$ раствора концентрированной азотной кислоты. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор азотной кислоты используют для приготовления градуировочных растворов, промывки и дезактивации измерительных чашек.

Срок хранения раствора — не более 12 мес.

7.1.2 Приготовление рабочего раствора радионуклида ^{226}Ra с удельной активностью от 10 до 70 Бк/г

Рабочий раствор радионуклида ^{226}Ra с удельной активностью a_r от 10 до 70 Бк/г приготавливают в пластмассовой или стеклянной емкости вместимостью 100 см^3 из СО ^{226}Ra путем разбавления стандартного образца радионуклида раствором азотной кислоты по 7.1.1.

Приготовленный рабочий раствор хранят в емкости с плотно закрытой крышкой не более одного года.

7.2 Подготовка вспомогательного оборудования

7.2.1 Подготовка измерительных чашек

Рекомендуется использовать измерительные чашки однократно. Допускается их повторное использование в случае отсутствия или малой измеренной активности предыдущего образца. После изготовления их моют горячей водой с использованием любого моющего средства, сушат, протирают марлевым или ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом, сушат и маркируют.

7.2.2 Устройство для барботирования воды

Устройство для барботирования воды (далее — барботажная пробка) представляет собой резиновую пробку с двумя трубками. Одна трубка (входная) должна быть длиной на 1—2 см меньше глубины емкости для отбора проб, нижний конец другой трубки (выходной) должен находиться на уровне нижнего края пробки. К наружным концам трубок присоединяют шланги длиной 10—20 см, выдерживающие разрежение, например вакуумные, и пережимают их зажимами или перекрывают кранами.

7.3 Подготовка гамма-спектрометра

7.3.1 Гамма-спектрометр подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации прибора с учетом рекомендаций ГОСТ 26874.

7.3.2 Гамма-спектрометр предварительно градуируют по эффективности регистрации гамма-квантов. Градуировку гамма-спектрометра проводят в соответствии с документацией к используемому программному обеспечению с помощью градуировочных гамма-источников, изготовленных по приложению А. Пример порядка проведения градуировки гамма-спектрометра приведен в приложении Б.

7.4 Измерение гамма-спектра от фонового гамма-излучения

7.4.1 Измерение фона гамма-спектрометра от фонового гамма-излучения выполняют с фоновым источником.

7.4.2 Фоновый источник, представляющий собой измерительную чашку с активированным углем, изготавливают по 8.1.1 и 8.1.18.

7.4.3 Фоновый источник помещают на криостат детектора и закрывают крышку пассивной защиты.

Выполняют измерение гамма-спектра. Минимальная продолжительность измерения фона гамма-спектрометра составляет 6 ч (21 600 с).

7.4.4 Полученный гамма-спектр фона спектрометра используют при обработке результатов измерений.

7.4.5 Измерение фона спектрометра выполняют не реже одного раза в год или при смене партии применяемого угля.

8 Выполнение измерений

8.1 Изготовление источника

8.1.1 Определяют массу пустой подложки измерительной чашки $m_{ч.п}$.

Заполняют подложку наполнителем — активированным углем (фракция 1—2 мм) так, чтобы толщина слоя угля не превышала глубины подложки.

Рекомендуемая масса наполнителя, $m_{ч.у}$, (0,38 ± 0,03) г, которую определяют по разности двух измерений.

Высушивают активированный уголь в течение не менее 60 мин под инфракрасной лампой.

8.1.2 Помещают высушенный активированный уголь в U-образную трубку. Фиксируют уголь с обеих сторон с помощью стекловолокна.

8.1.3 Заливают в поглотитель Рихтера (барботер) 4—6 см^3 концентрированной серной кислотой так, чтобы был закрыт длинный конец входящей трубки.

8.1.4 Укрепляют, например на лабораторных штативах, барботеры (буферный и заполненный серной кислотой) и ротаметр.

8.1.5 Емкость с пробой воды опрокидывают вверх дном таким образом, чтобы пузырь воздуха находился сверху, в районе дна емкости. Вынимают пробку и быстро, с минимальными потерями воды, закупоривают емкость барботажной пробкой по 7.2.2 со шлангами, перекрытыми зажимами (кранами).

8.1.6 Отдельные элементы системы соединяют в следующем порядке (см. приложение В):

- к выходу ротаметра присоединяют вход барботажной пробки;
- выход барботажной пробки соединяют со входом пустого барботера (необходим в качестве балластного объема при проскоке воды из емкости);
- выход пустого барботера соединяют со входом барботера с концентрированной серной кислотой (для осушения прокачиваемого воздуха);
- выход барботера с серной кислотой соединяют с U-образной трубкой, заполненной активированным углем (далее — ловушка);
- другой конец ловушки присоединяют к насосу и включают его.

8.1.7 Наливают в термостойкий стакан с теплоизоляцией или термос не менее 0,1 дм^3 этилового спирта.

8.1.8 Опускают ловушку в спирт так, чтобы весь активированный уголь в ловушке находился ниже поверхности спирта.

8.1.9 Медленно, при постоянном перемешивании, например палочкой из теплоизолирующего материала, наливают в сосуд со спиртом жидкий азот до кристаллизации спирта или добавляют сухой лед.

8.1.10 При закрытом вентиле ротаметра осторожно, не допуская резкого изменения давления в ловушке и барботерах, последовательно открывают зажимы (краны) на входной трубке ловушки и выходной трубке барботажной пробки.

8.1.11 При закрытом вентиле на ротаметре осторожно постепенно открывают зажим (кран) на входной трубке емкости.

8.1.12 Осторожно постепенно открывают зажим (кран) на трубке, соединяющей ловушку с насосом.

Открывают вентиль на ротаметре и устанавливают скорость расхода воздуха (0,10 ± 0,02) дм^3/мин.

8.1.13 Барботируют пробу воды в течение (70 ± 5) мин. По мере оттаивания спирта периодически добавляют в сосуд со спиртом жидкий азот или сухой лед. Рекомендуется прекратить добавление жидкого азота или сухого льда за 15—20 мин до окончания барботирования.

8.1.14 Перекрывают при помощи зажима (крана) трубку, соединяющую ловушку с барботером.

8.1.15 Перекрывают при помощи зажима (крана) трубку, соединяющую ловушку с насосом. Открывают кран на ротаметре полностью для уравнивания давления в емкости с пробой воды и барботерах.

8.1.16 Отсоединяют ловушку с активированным углем от системы и отогревают ее при комнатной температуре в течение 2—3 мин.

8.1.17 Переносят счетный образец (подготовленный по 8.1.2—8.1.16 активированный уголь) в подложку и разравнивают.

8.1.18 Изготавливают измерительный источник, приклеивая круг из алюминиевой фольги к бортику чашки.

8.1.19 Извлекают барботажную пробку из горлышка емкости с пробой воды.

С помощью мерного цилиндра измеряют объем воды в емкости V, дм^3, с точностью до десятых единиц.

8.1.20 Маркируют полученный источник. Фиксируют сведения об источнике: дату и время отбора пробы, дату и время изготовления источника, массу угля в подложке измерительной чашки, время начала и окончания продувки, объем воды в емкости.

8.2 Измерение гамма-спектра с источником

8.2.1 Измерительный источник сразу после изготовления помещают на криостат детектора и закрывают крышку пассивной защиты.

8.2.2 Выполняют измерения гамма-спектра с источником. Продолжительность измерения, как правило, составляет от 3000 до 6000 с. Коэффициент извлечения радона K_{Rn} в этом случае принимают равным 0,80.

При выполнении измерения гамма-спектра с источником через 3,5—4 ч коэффициент извлечения радона K_{Rn} принимают равным 0,86.

8.2.3 В режиме автоматического поиска пиков выполняют обработку измеренного спектра с источником.

Выполняют идентификацию радионуклидов, присутствующих в измерительном источнике, по энергиям E_n, кэВ, отвечающим пикам полного поглощения, присутствующих в измеренном спектре на основании библиотеки радионуклидов используемого программного обеспечения или на основании справочных данных.

8.2.4 Фиксируют дату и время начала и продолжительность измерения.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Для вычисления активности радионуклида ^{222}Rn, содержащегося в источнике, в измеренном спектре выбирают наиболее интенсивные пики полного поглощения с энергиями:

- 241,9 кэВ, 295,2 кэВ, 351,99 кэВ (радионуклид ^{214}Pb) — в случае, когда измерение спектра с источником выполнено сразу после его изготовления;
- 241,9 кэВ, 295,2 кэВ, 351,99 кэВ (радионуклид ^{214}Pb) и 609,3 кэВ, 1120,3 кэВ, 1764,7 кэВ (радионуклид ^{214}Bi) — в случае, когда измерение спектра с источником выполнено спустя 3,5—4 ч после его изготовления.

9.2 Для измеренных пиков, используя библиотеки радионуклидов программного обеспечения либо на основании справочных данных, определяют точные значения энергии гамма-квантов E_{oi} и отвечающие им абсолютные интенсивности гамма-излучения v_i.

Вычисляют для каждого найденного табличного значения энергии E_{oi} отвечающее ему значение эффективности регистрации ε_i.

9.3 Обработку результатов измерений выполняют с использованием специализированных компьютерных программ, в том числе прилагаемых к спектрометрам или по методу 4а ГОСТ 26874, а также данных, полученных из паспорта спектрометра, при градуировке спектрометра (см. приложение Б) и при измерении фона спектрометра по 7.4. Для этого рассчитывают:

- активность радионуклида A_i, Бк, в измеренном источнике для каждого из выбранных пиков полного поглощения;
- среднее взвешенное значение активности радионуклида ^{222}Rn в измеренном источнике A, Бк. При наличии в гамма-спектре одного пика полного поглощения от измеряемого радионуклида или если активность, рассчитанная по одному из пиков, составляет более 90 % от активности радионуклида, рассчитанной по остальным пикам, то в таком случае рассчитанное значение A_i, Бк, принимают за значение A, Бк;
- удельную активность радионуклида ^{222}Rn в пробе a, Бк/кг, по формуле

$$a = A/(K_{Rn} \cdot V \cdot \rho_в), \quad (1)$$

где K_{Rn} — коэффициент извлечения радионуклида ^{222}Rn по 8.2.2;

V — объем пробы воды, дм^3 (см. 8.1.19);

$\rho_в$ — плотность воды, кг/дм^3 [для пресной воды принимают равной 1,0 кг/дм^3, для соленой (минеральной) воды определяют взвешиванием отмеренного мерным цилиндром 0,1 или 1,0 дм^3 исследуемой воды].

10 Метрологические характеристики

Границы допустимых значений относительной погрешности измерений удельной активности радионуклида ^{222}Rn в анализируемой пробе воды при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, Бк/кг	Доверительные границы относительной погрешности ± δ %, P = 0,95
От 2 до 20 включ.	50
Св. 20 до 4000 включ.	25

11 Контроль точности результатов измерений

Периодический контроль точности результатов измерений выполняют с помощью контрольного источника, приготавливаемого из модельной пробы воды.

11.1 Приготовление модельной пробы воды

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 400—600 см^3 дистиллированной воды.

С помощью дозатора добавляют 1,0 см^3 рабочего раствора радионуклида ^{226}Ra с удельной активностью 10,0—70,0 Бк/г, приготовленного по 7.1.2.

Добавляют в мерную колбу дистиллированную воду до метки.

Удельную активность модельной пробы воды в колбе a_0, Бк/кг, вычисляют по формуле

$$a_0 = \frac{v \cdot a}{V}, \quad (2)$$

где v — объем добавленного градуировочного раствора, см^3;

a — удельная активность рабочего раствора радионуклида ^{226}Ra, Бк/г;

V — объем модельной пробы воды, дм^3.

Модельную пробу из колбы при помощи воронки переливают в стеклянную емкость вместимостью 1 дм^3. Емкость плотно закрывают барботажной пробкой, изготовленной по 7.2.2, с отводами, пережатыми зажимами, и кладут горизонтально. Емкость с модельной пробой хранят до момента изготовления контрольного источника в горизонтальном положении в течение не менее 19 сут со дня заполнения.

11.2 Измерение удельной активности ^{222}Rn a в модельной пробе воды

Приготавливают контрольный источник по 8.1.

Измеряют активность радионуклида ^{222}Rn в модельной пробе по 8.2 и вычисляют его удельную активность a, Бк/кг, согласно разделу 9.

Относительное отклонение δ_a, %, измеренной удельной активности радионуклида ^{222}Rn в модельной пробе воды a от ее действительного значения a_0 вычисляют по формуле

$$\delta_a = \left| \frac{a - a_0}{a_0} \right| \cdot 100. \quad (3)$$

Если δ_a не превосходит значения границы погрешности, указанной в таблице 1, то считают, что данный метод обеспечивает выполнение измерений с заявленной погрешностью. В противном случае определяют и устраняют причины несоответствия.

Контроль точности результатов измерений выполняют не реже одного раза в три месяца при условии выполнения в этот период работ по определению удельной активности радионуклида ^{222}Rn.

12 Форма представления результатов измерений

12.1 Результаты измерений удельной активности радионуклида ^{222}Rn оформляют в виде протокола в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025.

12.2 Результаты количественного определения удельной активности a в документах, предусматривающих их использование, представляется в виде:

$$(a \pm \Delta a), \text{ Бк/кг}, \quad (4)$$

где Δa — абсолютная погрешность измерения удельной активности радионуклида в пробе воды, Бк/кг, вычисляемая по формуле

$$\Delta a = \frac{\delta}{100} \cdot a, \quad (5)$$

где δ — относительная погрешность измерения удельной активности радионуклида в пробе воды, указанная в таблице 1.

При необходимости результат измерений можно представлять в единицах Бк/дм^3, принимая плотность воды по 9.3.3.

Приложение А
(обязательное)

Приготовление градуировочных гамма-источников

А.1 Приготовление градуировочных растворов радионуклидов

Если имеющиеся в наличие СО имеют удельную активность a_0 более 10^3 Бк/г, то из него готовят градуировочный раствор радионуклида с удельной активностью $a_г$ от 100 до 1000 Бк/г путем разбавления СО раствором азотной кислоты по 7.1.1. Допускается использовать неразбавленный СО в качестве градуировочного раствора.

Градуировочный раствор приготавливают в пластмассовой или стеклянной емкости вместимостью 100 $см^3$. Емкость маркируют и определяют путем взвешивания ее массу m_b, г. Вычисляют необходимый для получения требуемой удельной активности исходного раствора объем образцового раствора V_0, $см^3$.

При помощи дозатора или пипетки отбирают аликвоту СО радионуклида с объемом, равным V_0, $см^3$, переносят в емкость и определяют ее массу с СО m_{b0}, г. Значение массы m_0, г, отобранной аликвоты СО рассчитывают как разность $m_{b0} - m_b$.

При помощи мерного цилиндра вместимостью 100 $см^3$ отмеряют объем азотной кислоты по 8.1.1, равный $(100 - V_0)$, $см^3$, и переливают его в емкость с аликвотой СО. Определяют массу емкости с полученным раствором m_{bi}, г. Емкость плотно закрывают, и раствор тщательно перемешивают.

Удельную активность полученного градуировочного раствора $a_г$, Бк/г, вычисляют по формуле

$$a_г = a_0 \cdot m_0/(m_{bi} - m_b). \quad (А.1)$$

Фиксируют дату приготовления градуировочного раствора, емкость маркируют.

Приготовленный градуировочный раствор хранят в пластмассовой или стеклянной емкости с завинчивающейся крышкой и используют в течение одного года со дня изготовления.

А.2 Приготовление градуировочных гамма-источников с носителем (активированным углем)

А.2.1 Выпарительную чашку из фторопласта вместимостью 10—20 $см^3$ тщательно моют горячей водой с моющим средством, подсушивают, протирают тампоном с этиловым спиртом и высушивают.

А.2.2 Взвешиванием определяют массу пустой выпарительной чашки $M_{0в}$.

А.2.3 Взвешиванием определяют массу пустой измерительной чашки $M_{0ч}$.

Заполняют измерительную чашку активированным углем так, чтобы толщина слоя угля в измерительной чашке не превышала глубины измерительной чашки.

А.2.4 Пересыпают уголь из измерительной чашки в выпарительную чашку.

Взвешиванием определяют массу выпарительной чашки с углем $M_{в.у}$.

А.2.5 Вносят в выпарительную чашку с углем с помощью дозатора или пипетки градуировочный раствор радионуклида таким образом, чтобы активность источников соответствовала А.1.

А.2.6 Взвешиванием определяют массу выпарительной чашки с раствором и носителем (углем) $M_{р.у}$, г.

А.2.7 Массу градуировочного раствора $M_р$, г, вычисляют по формуле

$$M_р = M_{р.у} - M_{в.у}. \quad (А.2)$$

А.2.8 Активность внесенного раствора радионуклида A_0 вычисляют по формуле

$$A_0 = M_р \cdot a \cdot e^{-0{,}693 \cdot t/T}, \quad (А.3)$$

где a — удельная активность градуировочного раствора радионуклида на дату аттестации СО, Бк/г;

t — время, прошедшее со дня аттестации СО, указанного в паспорте СО, до изготовления градуировочного источника, в единицах времени периода полураспада радионуклида;

T — период полураспада радионуклида (ч, сут, г). Для ^{222}Ra $T = 3{,}8235$ сут.

А.2.9 Упаривают градуировочный раствор досуха, не доводя его до кипения.

После остывания чашки до комнатной температуры определяют массу выпарительной чашки с углем $M_{в1}$, г, путем взвешивания.

А.2.10 Массу угля в выпарительной чашке $M_у$, г, вычисляют по формуле

$$M_у = M_{в1} - M_{0в}. \quad (А.4)$$

А.2.11 Количественно переносят уголь из выпарительной чашки в измерительную чашку и разравнивают носитель (активированный уголь).

А.2.12 Определяют массу измерительной чашки с углем $M_{ч.у}$, г.
Массу угля в измерительной чашке $M_{и.у}$, г, вычисляют по формуле

$$M_{и.у} = M_{ч.у} - M_{ч.ч}. \quad (А.5)$$

А.2.13 Приклеивают крышку к бортику чашки клеем.
А.2.14 Активность градуировочного источника $A_г$, Бк, вычисляют по формуле

$$A_г = A_0 \cdot M_{и.у}/m_0. \quad (А.6)$$

А.2.15 Маркируют полученный градуировочный источник.
А.2.16 Фиксируют следующие сведения о градуировочном источнике:
- дату изготовления;
- активность градуировочного источника;
- массу угля в градуировочном источнике;
- массу измерительной чашки;
- наименование радионуклида.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Градуировка гамма-спектрометра по эффективности регистрации гамма-квантов

Б.1 Градуировка гамма-спектрометра по эффективности регистрации гамма-квантов

Градуировку спектрометра осуществляют в соответствии с рекомендациями изготовителя. Градуировку гамма-спектрометра по эффективности регистрации гамма-квантов (далее — градуировка гамма-спектрометра) выполняют с градуировочными источниками активностью в диапазоне 100—1000 Бк, изготовленными на основе СО по приложению А.

При градуировке гамма-спектрометра количество и радионуклидный состав градуировочных источников выбирают таким образом, чтобы в интервале энергий от 50 до 1400 кэВ было получено не менее пяти значений эффективности, отвечающих разным энергиям регистрируемых гамма-квантов. Рекомендуемый набор радионуклидов, используемых при градуировке гамма-спектрометра по эффективности, выбирают из следующих радионуклидов: ^{241}Am, ^{109}Cd, ^{113}Sn, ^{139}Ce, ^{137}Cs, ^{54}Mn, ^{152}Eu, ^{226}Ra, ^{232}Th.

Б.2 Измерение гамма-спектров с градуировочными источниками

Градуировочный источник помещают на криостат детектора. Закрывают крышку пассивной защиты. Задают время измерения таким образом, чтобы в набранном спектре от градуировочного источника площадь пика полного поглощения для самой слабой гамма-линии из числа используемых для градуировки гамма-спектрометра составляла не менее 4500 импульсов.

Выполняют измерение и расчеты спектра с градуировочным источником аналогично 8.2 и разделу 9.

Фиксируют:

- наименование радионуклида, содержащегося в градуировочном источнике;
- дату изготовления градуировочного источника;
- активность градуировочного источника на дату изготовления источника;
- дату и продолжительность измерения с градуировочным источником.

Повторяют процедуры со всеми градуировочными источниками.

Б.3 Обработка результатов измерений градуировочных источников

Обработку результатов измерений с градуировочными источниками осуществляют с помощью программного обеспечения, в том числе поставляемого в составе гамма-спектрометра.

Б.4 Контроль градуировки гамма-спектрометра

Контроль правильности проведения градуировки спектрометра осуществляют в соответствии с рекомендациями изготовителя.

Контроль градуировки гамма-спектрометра состоит в определении эффективностей регистрации с помощью градуировочных источников для трех-четырех значений энергии гамма-квантов E_i, относящихся к разным частям энергетической шкалы, и сравнении измеренных значений с расчетными, установленными при градуировке.

Для этого последовательно выполняют измерения с градуировочными источниками по 8.2. В режиме автоматического поиска пиков выполняют обработку измеренных спектров с источниками. Получают результат обработки пиков полного поглощения и проводят необходимые вычисления.

Допускается при выполнении контроля градуировки гамма-спектрометра использовать градуировочные источники, изготовленные ранее, если со дня их изготовления прошло не более пяти лет.

Б.5 Периодичность выполнения контроля градуировки

Контроль градуировки гамма-спектрометра выполняют не реже одного раза в три года.

Внеочередной контроль градуировки выполняют в случае отрицательного результата выполнения контрольных измерений.

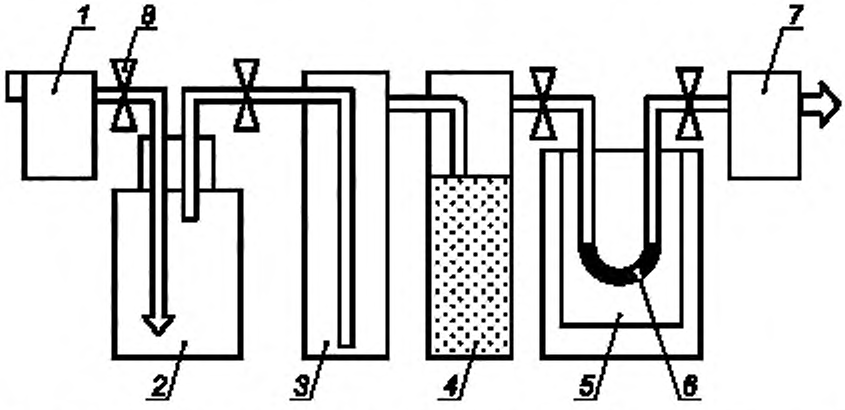
Новую градуировку гамма-спектрометра выполняют при изменении следующих параметров геометрии измерения:

- геометрических размеров измерительной чашки (диаметра, высоты, толщины стенок);
- расстояния от дна подложки до детектора.

Приложение В
(рекомендуемое)

Схема установки для извлечения радона из пробы воды

В.1 Схема установки для извлечения радона из пробы воды приведена на рисунке В.1.



1 — ротаметр; *2* — емкость с пробой воды; *3* — буферный барботер; *4* — барботер с серной кислотой; *5* — термос с замороженным спиртом; *6* — U-образная ловушка с активированным углем; *7* — насос; *8* — зажимы (краны)

Рисунок В.1 — Схема установки для извлечения радона из пробы воды

УДК 543.3:006.354 ОКС 13.060.01

Ключевые слова: вода питьевая, вода природная, гамма-спектрометрический метод, определение удельной активности радионуклида радон-222

БЗ 11—2020/85

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 05.10.2020. Подписано в печать 02.11.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru