СОГЛАСОВАНО

Зам. директора БелГИМ

«__» _____

УТВЕРЖДАЮ

Директор УП «АТОМТЕХ»

_____ В.А.Кожемякин

«__» _____ 2015

Извещение ТИАЯ.116-2015 об изменении №5

МВИ.МН 1181-2011

Республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)
Свидетельство № 896-1/2015
об аттестации МВИ от 14.09.2015 г.

РАЗРАБОТЧИК

Начальник отдела радиационной метрологии - главный метролог УП «АТОМТЕХ»

_____ В.Д.Гузов

«____» _____ 2015

gost.e-ecolog.ru

УП «АТОМТЕХ»	ИЗВЕЩЕНИЕ	ОБОЗНАЧЕНИЕ		
	ТИАЯ.116-2015	МВИ МН 1181-2011		
ДАТА ВЫПУСКА	СРОК ИЗМЕНЕНИЯ		Лист	Листов
18.08.2015			2	2
ПРИЧИНА	По результатам ГКИ, акт № 12243 от 03.06.2015		Код	5
УКАЗАНИЕ О ЗАДЕЛЕ	Задела нет			
УКАЗАНИЕ О ВНЕДРЕНИИ	–			
ПРИМЕНЯЕМОСТЬ	ТИАЯ.412151.004			
РАЗОСЛАТЬ	По данным БНТД			
ПРИЛОЖЕНИЕ	5 листов			

ИЗМ.	СОДЕРЖАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ
5	

Листы 3, 4, 5, 14, 29 заменить.

Изменения 1-4 оставить в действии для гамма-бета спектрометров МКС-АТ1315, изготовленных до мая 2015 г.

				Согл.			
Составил	Ковыш			Согл.			
Проверил	Кийко			Н. контр.	Мананкова		
Т. контр.				Утвердил	Маевский		
ИЗМЕНЕНИЕ ВНЕС							

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящая методика устанавливает совокупность правил и процедур выполнения измерений объемной активности (ОА) и удельной активности (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-спектрометре EL 1309 в пищевых продуктах, питьевой воде, почве, сельскохозяйственном сырье и кормах, продукции лесного хозяйства, других объектах окружающей среды.

1.2 Диапазоны измерений ОА (УА) ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K при плотности «сырых» проб от 0,2 до 1,6 г/см^3 составляют:

- для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315:
  - от 10 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr;
  - от 1 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs;
  - от 20 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K,
- для гамма-спектрометра EL 1309:
  - от 4 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs;
  - от 60 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K.

1.3 Методика применяется в ходе выполнения измерений ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах и ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr в концентрированных счетных образцах проб, подготовленных к измерениям с использованием различных способов концентрирования (высушивание, выпаривание, обугливание и т.д.).

Методика применяется при измерении ОА радионуклида ^{90}Sr в питьевой воде и молоке с использованием концентрирования ^{90}Sr в счетном образце (проба-фильтр) на основе волокнистого катионита ФИБАН-К-1 методом ионного обмена.

1.4 Измерение ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах объектов радиационного контроля проводят в геометриях сосуда Маринелли 1,0 л, плоского сосуда 0,5 л и сосуда «Дента» 0,1 л. Измерения концентрированных счетных образцов проб проводят в геометриях плоских сосудов 0,2 л и 0,03 л.

1.5 Измерение ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr на уровне менее 10 Бк/л (Бк/кг) выполняется для проб, подготовленных различными способами концентрирования объектов радиационного контроля. Нижняя граница диапазона измерений ОА (УА) в пересчете на исходную «сырую» пробу составляет не более:

- 0,1 Бк/л для ^{90}Sr в питьевой воде;
- 0,8 Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr в молоке и специализированном детском питании в готовом для употребления виде;
- 1,0 Бк/кг для ^{90}Sr в картофеле, хлебе и хлебопродуктах.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике выполнения измерений (далее – МВИ) использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

- ТКП 8.003-2011 (03220) Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений. Правила проведения работ;
- ТКП 181-2009 (02230) Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей;
- ТКП 251-2010 (02080) Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения;
- СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений;
- СТБ ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике;

- СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб;
- СТБ 1050-2008 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования;
- СТБ 1051-2012 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования;
- СТБ 1052-2011 Радиационный контроль. Отбор проб хлебобулочных изделий. Общие требования;
- СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования;
- СТБ 1054-2012 Радиационный контроль. Отбор проб овощей и фруктов. Общие требования;
- СТБ 1055-2012 Радиационный контроль. Отбор проб картофеля и корнеплодов. Общие требования;
- СТБ 1056-98 Радиационный контроль. Отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов. Общие требования;
- СТБ 1057-98 Радиационный контроль. Отбор проб поверхностных и сточных вод. Общие требования;
- ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения;
- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;
- ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия;
- ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия;
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия;
- ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия;
- ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия;
- ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия;
- ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования;
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры;
- ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб;
- ГН от 28.12.2012 №213 Государственный норматив «Критерии оценки радиационного воздействия»
- СанПиН от 28.12.2012 № 213 Санитарные правила и нормы «Требования к радиационной безопасности»;
- СанПиН от 31.12.2013 № 137 «Требования к обеспечению радиационной безопасности персонала и населения при осуществлении деятельности по использованию атомной энергии и источников ионизирующего излучения».

Примечание – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных ТНПА по каталогу, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Гармонизация требований нормативных документов Республики Беларусь и Российской Федерации приведена в **приложении А**.

3 Точность измерений

3.1 Границы погрешности результатов измерений (P=0,95) по данной методике для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 составляют:

- (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 1 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);
- (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{90}Sr в диапазоне от 0,1 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);

- (30 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{40}K в диапазоне от 20 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг).

Оценка погрешностей результатов измерений, устанавливаемая в соответствии с МИ 1552-86, осуществляется автоматически в ходе выполнения измерений средствами программного обеспечения гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 по алгоритмам, приведенным в **приложении Б.**

3.2 Границы погрешности измерения ОА (УА) ^{137}Cs на гамма-спектрометре EL 1309 с доверительной вероятностью 0,95 по данной методике составляют (30 – 50) % в диапазоне от 4 до 10^6 Бк/л (Бк/кг).

Оценку погрешностей полученных результатов измерений с использованием гамма-спектрометра EL 1309 проводят по алгоритму, приведенному в **приложении Б.**

3.3 Показатели точности настоящей МВИ получены в ходе прецизионных экспериментов при аттестации данной методики.

Показатели точности при измерении УА ^{90}Sr были получены из международного межлабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с СТБ ИСО 5725-2-2002 в 2004 г., в который было вовлечено 17 лабораторий. Каждой лаборатории было предоставлено по три контрольных образца удельной активности ^{90}Sr (~20, 65 и 115 Бк/кг). Данные всех лабораторий были включены в расчет показателей точности.

Показатели точности при измерении УА ^{137}Cs были получены из межлабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с СТБ ИСО 5725-2-2002 в 2007 г., в который было вовлечено 10 лабораторий. Каждой лаборатории было предоставлено по три контрольных образца удельной активности ^{137}Cs (~25, 110 и 190 Бк/кг). Данные всех лабораторий были включены в расчет показателей точности.

Зависимости показателей точности от значения измеренной активности ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K приведены в **таблице 3.1**.

Таблица 3.1 Показатели точности результатов измерений активности ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K

Измеряемая величина	Диапазон измеряемой величины, Бк/кг	Границы погреш-ности, %	Показатели прецизионности		
			Стандартное отклонение повторяемости S_r, Бк/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, Бк/кг	Критическая разность CD, Бк/кг
МКС-АТ1315					
УА ^{90}Sr, Бк/кг	От 0,1 до 10	30-50	$0{,}064 \cdot A_{изм} + 0{,}018$	$0{,}200 \cdot A_{изм} + 0{,}004$	$0{,}390 \cdot A_{ср} + 0{,}0004$
	От 11 до 60	30-50	$0{,}082 \cdot A_{изм} + 1{,}496$	$0{,}168 \cdot A_{изм} + 0{,}550$	$0{,}310 \cdot A_{ср} + 0{,}7900$
	От 61 до 10^6	20-30	$0{,}018 \cdot A_{изм} + 5{,}357$	$0{,}046 \cdot A_{изм} + 8{,}036$	$0{,}085 \cdot A_{ср} + 14{,}220$
УА ^{137}Cs, Бк/кг	От 1 до 25	30-50	$0{,}054 \cdot A_{изм} + 0{,}111$	$0{,}079 \cdot A_{изм} + 0{,}354$	$0{,}130 \cdot A_{ср} + 0{,}6900$
	От 26 до 110	20-30	$0{,}025 \cdot A_{изм} + 0{,}807$	$0{,}071 \cdot A_{изм} + 0{,}411$	$0{,}140 \cdot A_{ср} + 0{,}4500$
	От 111 до 10^6	20-25	$0{,}004 \cdot A_{изм} + 3{,}096$	$0{,}032 \cdot A_{изм} + 4{,}621$	$0{,}070 \cdot A_{ср} + 8{,}5100$
УА ^{40}K, Бк/кг	От 20 до $2 \cdot 10^4$	30-50	$0{,}029 \cdot A_{изм} + 2{,}325$	$0{,}046 \cdot A_{изм} + 2{,}557$	$0{,}11 \cdot A_{ср} + 5{,}75$
EL 1309					
УА ^{137}Cs, Бк/кг	От 4 до 25	30-50	$0{,}054 \cdot A_{изм} + 0{,}111$	$0{,}079 \cdot A_{изм} + 0{,}354$	$0{,}13 \cdot A_{ср} + 0{,}69$
	От 26 до 110	30-40	$0{,}025 \cdot A_{изм} + 0{,}807$	$0{,}071 \cdot A_{изм} + 0{,}411$	$0{,}14 \cdot A_{ср} + 0{,}45$
	От 111 до 10^6	30-35	$0{,}004 \cdot A_{изм} + 3{,}096$	$0{,}032 \cdot A_{изм} + 4{,}621$	$0{,}07 \cdot A_{ср} + 8{,}51$

Приложение А

(справочное)

Сравнительная таблица ТНПА Республики Беларусь и нормативных документов Российской Федерации

Соответствие ТНПА Республики Беларусь и нормативных документов Российской Федерации приведены в **таблице А.1**.

Таблица А.1

ТНПА Республики Беларусь	Нормативные документы Российской Федерации
ТКП 8.003-2011 Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений. Правила проведения работ	ГОСТ 8.513-84 Государственная система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения
ТКП 181-2009 Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей	Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей
ТКП 251-2010 Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения	ГОСТ Р 50801-95 Древесное сырье, лесоматериалы, полуфабрикаты и изделия из древесины и древесных материалов. Порядок отбора проб и методы измерения удельной активности радионуклидов
СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений	ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб	ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб.
СТБ 1050-2008 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования	ГОСТ Р 51447-99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб
СТБ 1051-2012 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования	ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию
СТБ 1052-2011 Радиационный контроль. Отбор проб хлебобулочных изделий. Общие требования	
СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования	ГОСТ ISO 7218-2011 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Общие требования и рекомендации по микробиологическим исследованиям
СТБ 1054-2012 Радиационный контроль. Отбор проб овощей и фруктов. Общие требования	ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

И.6 После установления постоянной массы сухие остатки проб обугливают путем прокаливания на электроплитках или песчаных банях в вытяжном шкафу при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем. Во избежание потери радионуклидов не допускается воспламенение проб. Для интенсификации процесса обугливания допускается одновременно проводить обогрев чашки с пробой инфракрасной лампой. Процесс обугливания считают законченным при прекращении вспучивания пробы и исчезновении дыма.

И.7 Обугленные сухие остатки проб озоляют в муфельных печах. При озолении в фарфоровых тиглях зернобобовых, картофеля, корнеплодов и других проб с высоким содержанием калия во избежание сплавления вещества пробы с фарфоровыми тиглями температура не должна превышать 400 °С. Остальные пробы озоляют при температуре 550-600 °С. Для сохранности фарфоровых тиглей в процессе озоления температуру в муфельной печи повышают постепенно, а охлаждение тиглей осуществляют путем естественного остывания в выключенной печи с закрытой заслонкой.

И.8 Процедуру термического концентрирования не обязательно доводить до полного озоления в муфельной печи. Концентрирование пробы может быть остановлено на этапе обугливания или частичного озоления при достижении значений коэффициентов концентрирования, приведенных в таблице Ж.1.

И.9 После окончания концентрирования остывший до комнатной температуры сухой остаток растирают в фарфоровой ступке и взвешивают с погрешностью не более ± 2 % для определения коэффициента концентрирования. Подготовленную концентрированную пробу помещают в полиэтиленовый пакет и герметизируют с помощью липкой ленты. Оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:

Дата _____

Наименование продукции _____
(в соответствии с актом отбора пробы)

Исходная масса пробы, $M_П$, г _____

Условия подготовки _____
(температура, время)

Масса полученного концентрата m_k, г _____

Коэффициент концентрирования ($M_П$/ m_k) _____

Должность, ФИО лиц, проводивших подготовку пробы _____

И.10 Непосредственно перед измерением УА радионуклидов в пробе определяют массу счетного образца с погрешностью не более ± 2 %, для чего взвешивают сосуд до и после его заполнения, а затем из второго результата вычитают первый. Массу счетного образца в граммах задают, как параметр измерения, в соответствии с разделом 5 РЭ (5.6.1).

И.11 Измерительный сосуд заполняют равномерно по всей поверхности подготовленным концентратом. Уплотнение вещества концентрата осуществляют с помощью специального приспособления (уплотнителя), входящего в комплект поставки гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315, до специальной отметки, расположенной на боковой внутренней поверхности сосуда.

СОГЛАСОВАНО

Зам. директора БелГИМ

_____ Т.А.

«05» _____

УТВЕРЖДАЮ

Директор УП «АТОМТЕХ»

_____ Д.А.Кожемякин

«22» 12 2015

ИЗВЕЩЕНИЕ ТИАЯ.44-15

об изменении «4»

МВИ МН 1181-2011

РАЗРАБОТЧИК

УП «АТОМТЕХ»

Главный метролог,

начальник отдела

радиационной метрологии

_____ В.Д.Гузов

«____» _____ 2015

УП «АТОМТЕХ»	ИЗВЕЩЕНИЕ	ОБОЗНАЧЕНИЕ		
	ТИАЯ.44-15	МВИ МН 1181-2011		
ДАТА ВЫПУСКА	СРОК ИЗМЕНЕНИЯ		Лист	Листов
			2	2
ПРИЧИНА	Внедрение и изменение стандартов и технических условий		Код	4
УКАЗАНИЕ О ЗАДЕЛЕ	Задела нет			
УКАЗАНИЕ О ВНЕДРЕНИИ				
ПРИМЕНЯЕМОСТЬ	ТИАЯ.412151.004			
РАЗОСЛАТЬ	По данным БНТД			
ПРИЛОЖЕНИЕ				

ИЗМ.	СОДЕРЖАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ
4	

Лист 15 заменить.

Составил	Ковыш			Н. контр.	Мазурова		
Проверил	Кийко			Утвердил	Маевский		
Т. контр.							
Изменение внес							

Продолжение таблицы А.1

ТНПА Республики Беларусь	Нормативные документы Российской Федерации
СТБ 1055-2012 Радиационный контроль. Отбор проб картофеля и корнеплодов. Общие требования	ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб
СТБ 1056-98 Радиационный контроль. Отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов. Общие требования	ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
СТБ 1057-98 Радиационный контроль. Отбор проб поверхностных и сточных вод. Общие требования	ГОСТ Р 53415-2009 Вода. Отбор проб для микробиологического анализа
ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений. Основные положения	ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений
ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия	ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия	ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия	ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия	ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия	ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия	ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия	ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования	ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры	ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб	ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб
ГН от 28.12.2012 №213 Гигиенический норматив "Критерии оценки радиационного воздействия"	
СанПиН от 28.12.2012 №213 Санитарные правила и нормы "Требования радиационной безопасности"	СП 2.6.1.2523-09 "Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)"
СанПиН от 31.12.2013 №137 "Требования к обеспечению радиационной безопасности персонала и населения при осуществлении деятельности по использовании атомной энергии и источников ионизирующего излучения"	СП 2.6.1.2612-10 "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010"

СОГЛАСОВАНО
Зам. директора ВелГИМ
_____ А.Коломиец
“ 23 ” ___ 09 ___ 2014 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор УП “АТОМТЕХ”
_____ В.А.Кожемякин
“ 08 ” ___ 09 ___ 2014 г.

ИЗВЕЩЕНИЕ ТИАЯ.86-2014

об изменении 3
МВИ.МН 1181-2011

Дата введения с _____

РАЗРАБОТАНО
УП «АТОМТЕХ»

Главный метролог,
начальник отдела
радиационной метрологии
_____ В.Д. Гузов
"___"_____ 2014 г.

УП «АТОМТЕХ»	ИЗВЕЩЕНИЕ	Обозначение	
	ТИАЯ.86-2014	МВИ.МН 1181-2011	

Дата выпуска	Срок изменения		Лист	Листов
			2	2

Причина	Внедрение и изменение стандартов и технических условий	Код	4
Указание о заделе	Задела нет		
Указание о внедрении	—		
Применяемость	ТИАЯ.412151.004		
Разослать	По данным БТД		
Приложение	–		

Изм.	Содержание изменения
3	

Лист 7 заменить.

Составил	Мазурова			Н.контр.	Мананкова		
Проверил	Кийко			Утвердил	Маевский		
Т.контр.							
Изменение внес							

6 Требования безопасности

6.1 При подготовке к работе и при проведении измерений необходимо руководствоваться требованиями гигиенического норматива ГН от 28.12.2012 №213 "Критерии оценки радиационного воздействия", санитарных правил и норм СанПиН от 28.12.2012 №213 "Требования к радиационной безопасности" и СанПиН от 31.12.2013 №137 "Требования к обеспечению радиационной безопасности персонала и населения при осуществлении деятельности по использованию атомной энергии и источников ионизирующего излучения", а также требованиями безопасности, изложенными в эксплуатационной документации на используемые средства измерений и вспомогательные устройства.

6.2 Организация работы по электробезопасности должна соответствовать требованиям, изложенным в "Межотраслевых правилах по охране труда при работе в электроустановках" и ТКП 181-2009 "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей".

6.3 Работа с гамма-бета-спектрометром МКС-АТ1315 и гамма-спектрометром EL 1309 при соблюдении правил эксплуатации не оказывает вредного воздействия на человека и окружающую среду.

7 Требования к квалификации операторов

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают операторов с квалификацией не ниже техника-радиометриста, знакомых с основами спектрометрии и радиометрии, изучивших эксплуатационную документацию на используемые средства измерений и настоящую методику.

7.2 К приготовлению счетных образцов допускают лиц с квалификацией не ниже лаборанта-химика и имеющих допуск к работе с кислотами и щелочами.

7.3 При проведении измерений на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и гамма-спектрометре EL 1309 оператор должен иметь навыки работы с ПК.

8 Условия измерений

8.1 При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С — от 10 до 35;
- атмосферное давление, кПа — от 84 до 106,7;
- относительная влажность воздуха при температуре 30 °С и более низких температурах без конденсации влаги, % — до 75;
- внешний фон гамма-излучения, мкЗв/ч — не более 0,2;
- напряжение питающей сети переменного тока, В — 230 (+23;-35);
- частота питающей сети переменного тока, Гц — 50 ± 2;
- напряженность внешнего магнитного поля, А/м — не более 40.

Окружающая среда, где устанавливают средства измерений, не должна содержать пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей.

8.2 Нормальные условия эксплуатации спектрометра:

- температура окружающего воздуха, °С — 20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа — от 86 до 106,7;
- относительная влажность воздуха, % — 60 (+20; -30);
- внешний фон гамма-излучения, мкЗв/ч — не более 0,2;
- напряжение питающей сети переменного тока, В — 230 ± 23;
- частота питающей сети переменного тока, Гц — 50 ± 0,5.

8.3 Гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 (гамма-спектрометр EL 1309) рекомендуется расположить вдали от окна на расстоянии примерно 1,0 - 1,5 м от стены.

СОГЛАСОВАНО
Зам. директора БелГИМ
_____ Т.А. Колодинец
"14" 08 2013 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор УП "АТОМТЕХ"
_____ В.А.Кожемякин
"14" 08 2013 г.

ИЗВЕЩЕНИЕ ТИАЯ.57-2013

об изменении

МВИ.МН 1181-2011

Изменение "2"

Дата введения с _____

РАЗРАБОТАНО
УП «АТОМТЕХ»

Главный метролог,
начальник отдела
радиационной метрологии
_____ В.Д. Гузов
"8" 08 2013 г.

УП «АТОМТЕХ»	ИЗВЕЩЕНИЕ	Обозначение	
	ТИАЯ.57-2013	МВИ.МН 1181-2011	

Дата выпуска	Срок изменения		Лист	Листов
			2	2

Причина	Внедрение и изменение стандартов и технических условий	Код	4
Указание о заделе	Задела нет		
Указание о внедрении	—		
Применяемость	ТИАЯ.412151.004		
Разослать	По данным БТД		
Приложение	–		

Изм.	Содержание изменения
2	

Листы 3, 4, 6 – 8, 14, 15 заменить.

Составил	Мазурова		15.07.13	Н.контр.	Мананкова		8.08.20
Проверил	Кийко			Утвердил	Маевский		8.08.20
Т.контр.							
Изменение внес							

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящая методика устанавливает совокупность правил и процедур выполнения измерений объемной активности (ОА) и удельной активности (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-спектрометре EL 1309 в пищевых продуктах, питьевой воде, почве, сельскохозяйственном сырье и кормах, продукции лесного хозяйства, других объектах окружающей среды.

1.2 Диапазоны измерения ОА (УА) ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K при плотности «сырых» проб от 0,2 до 1,6 г/см^3 составляют:

- для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315:
  - от 20 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr;
  - от 2 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs;
  - от 20 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K,
- для гамма-спектрометра EL 1309:
  - от 4 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs;
  - от 60 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K.

1.3 Методика применяется в ходе выполнения измерений ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах и ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr в концентрированных счетных образцах проб, подготовленных к измерениям с использованием различных способов концентрирования (высушивание, выпаривание, обугливание и т.д.).

Методика применяется при измерении ОА радионуклида ^{90}Sr в питьевой воде и молоке с использованием концентрирования ^{90}Sr в счетном образце (проба-фильтр) на основе волокнистого катионита ФИБАН-К-1 методом ионного обмена.

1.4 Измерение ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах объектов радиационного контроля проводят в геометриях сосуда Маринелли 1,0 л, плоского сосуда 0,5 л и сосуда «Дента» 0,1 л. Измерения концентрированных счетных образцов проб проводят в геометриях плоских сосудов 0,2 л и 0,03 л.

1.5 Измерение ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr на уровне менее 20 Бк/л (Бк/кг) выполняется для проб, подготовленных различными способами концентрирования объектов радиационного контроля. Нижняя граница диапазона измерения ОА (УА) в пересчете на исходную «сырую» пробу составляет не более:

- 0,2 Бк/л для ^{90}Sr в питьевой воде;
- 1,5 Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr в молоке и специализированном детском питании в готовом для употребления виде;
- 2,0 Бк/кг для ^{90}Sr в картофеле, хлебе и хлебопродуктах.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике выполнения измерений (далее – МВИ) использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

- ТКП 8.003-2011(03220) Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений. Правила проведения работ
- ТКП 181-2009 (02230) Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей
- ТКП 251-2010 (02080) Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения
- СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
- СТБ ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

- СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб
- СТБ 1050-2008 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования
- СТБ 1051-2012 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования
- СТБ 1052-2011 Радиационный контроль. Отбор проб хлебобулочных изделий. Общие требования
- СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования
- СТБ 1054-2012 Радиационный контроль. Отбор проб овощей и фруктов. Общие требования
- СТБ 1055-2012 Радиационный контроль. Отбор проб картофеля и корнеплодов. Общие требования
- СТБ 1056-98 Радиационный контроль. Отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов. Общие требования
- СТБ 1057-98 Радиационный контроль. Отбор проб поверхностных и сточных вод. Общие требования
- ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения
- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
- ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб
- ГН от 28.12.2012 №213 Гигиенический норматив "Критерии оценки радиационного воздействия"
- СанПиН от 28.12.2012 №213 Санитарные правила и нормы "Требования к радиационной безопасности"
- СанПиН 2.6.1.8-8-2002 "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСП-2002)."

Гармонизация требований нормативных документов Республики Беларусь и Российской Федерации приведена в **приложении А**.

3 Точность измерений

3.1 Границы погрешности результатов измерений (P=0,95) по данной методике для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 составляют:

- (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 2 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);
- (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{90}Sr в диапазоне от 0,2 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);
- (30 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{40}K в диапазоне от 20 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг).

Оценка погрешностей результатов измерений, устанавливаемая в соответствии с МИ 1552-86, осуществляется автоматически в ходе выполнения измерений средствами программного обеспечения гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 по алгоритмам, приведенным в **приложении Б**.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

При выполнении измерений применяются следующие средства измерений, вспомогательные устройства и расходные материалы:

- гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 ТУ РБ 37318323.008-99 с пределом основной относительной погрешности измерения ОА (УА) ± 20 %;
- гамма-спектрометр EL 1309 ТУ РБ 37318323.001-95 с пределом основной относительной погрешности измерения ОА (УА) ± 30 %;
- контрольный источник ^{137}Cs типа ОСГИ-3-1 активностью ~9 кБк для проверки сохранности градуировки МКС-АТ1315 и EL 1309;
- измерительные сосуды для размещения проб в необходимой геометрии измерения и приспособление для уплотнения проб;
- лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания до 3000 г, с погрешностью не более ± 2 %;
- помехоподавляющий сетевой фильтр-распределитель;
- посуда мерная, набор химической посуды, реактивы и другое оборудование согласно требованиям, изложенным в **приложениях В – Е**.

Допускается применять аппаратуру, вспомогательные устройства, материалы с характеристиками не хуже указанных. Средства измерения должны быть поверены в соответствии с ТКП 8.003-2011.

5 Методы измерений

5.1 Измерение ОА (УА) на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 выполняют методом регистрации гамма- и бета-излучения сцинтилляционными блоками детектирования.

Для регистрации гамма-излучения применяется блок детектирования на основе сцинтилляционного кристалла NaI(Tl) размерами ∅63 × 63 мм.

Для регистрации бета-излучения используется органический сцинтиллятор на основе полистирола, активированного паратерфинилом, размерами ∅128 × 9 мм.

Результатом регистрации гамма- и бета-излучения в исследуемой пробе в заданной геометрии являются аппаратурные спектры, которые выводятся в реальном масштабе времени на монитор ПК в диапазоне каналов от 0 до 1023.

Программное обеспечение гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 позволяет рассчитывать активность радионуклидов в пробе путем обработки полученных аппаратурных спектров методом максимального правдоподобия. Анализу и обработке одновременно подвергаются данные гамма- и бета-спектрометрических трактов. Данный метод обработки спектров при измерении активности предполагает, что радионуклидный состав пробы известен.

5.2 Измерение ОА (УА) на гамма-спектрометре EL 1309 выполняют методом регистрации гамма-излучения сцинтилляционным блоком детектирования на основе кристалла NaI(Tl) ∅63 × 63 мм. Измерение активности радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K в пробе осуществляют путем экспозиции пробы в заданной геометрии с последующей обработкой полученного спектра гамма-излучения средствами программного обеспечения с использованием «оконного» метода. Энергетический диапазон спектрометра от 50 до 3000 кэВ разбит на отдельные интервалы, ширина и положение которых выбраны под конкретный предполагаемый состав радионуклидов в счетном образце пробы.

5.3 Спектрометрический метод обработки аппаратурных спектров в гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и гамма-спектрометре EL 1309 используют в случае неизвестного или сложного радионуклидного состава исследуемой пробы.

6 Требования безопасности

6.1 При подготовке к работе и при проведении измерений необходимо руководствоваться требованиями гигиенического норматива ГН от 28.12.2012 №213 "Критерии оценки радиационного воздействия", санитарных правил и норм СанПиН от 28.12.2012 №213 "Требования к радиационной безопасности" и СанПиН 2.6.1.8-8-2002 "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСП-2002)", а также требованиями безопасности, изложенными в эксплуатационной документации на используемые средства измерений и вспомогательные устройства.

6.2 Организация работы по электробезопасности должна соответствовать требованиям, изложенным в "Межотраслевых правилах по охране труда при работе в электроустановках" и ТКП 181-2009 "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей".

6.3 Работа с гамма-бета-спектрометром МКС-АТ1315 и гамма-спектрометром EL 1309 при соблюдении правил эксплуатации не оказывает вредного воздействия на человека и окружающую среду.

7 Требования к квалификации операторов

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают операторов с квалификацией не ниже техника-радиометриста, знакомых с основами спектрометрии и радиометрии, изучивших эксплуатационную документацию на используемые средства измерений и настоящую методику.

7.2 К приготовлению счетных образцов допускают лиц с квалификацией не ниже лаборанта-химика и имеющих допуск к работе с кислотами и щелочами.

7.3 При проведении измерений на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и гамма-спектрометре EL 1309 оператор должен иметь навыки работы с ПК.

8 Условия измерений

8.1 При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С — от 10 до 35;
- атмосферное давление, кПа — от 84 до 106,7;
- относительная влажность воздуха при температуре 30 °С и более низких температурах без конденсации влаги, % — до 75;
- внешний фон гамма-излучения, мкЗв/ч — не более 0,2;
- напряжение питающей сети переменного тока, В — 230 (+23;-35);
- частота питающей сети переменного тока, Гц — 50 ± 2;
- напряженность внешнего магнитного поля, А/м — не более 40.

Окружающая среда, где устанавливают средства измерений, не должна содержать пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей.

8.2 Нормальные условия эксплуатации спектрометра:

- температура окружающего воздуха, °С — 20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа — от 86 до 106,7;
- относительная влажность воздуха, % — 60 (+20; -30);
- внешний фон гамма-излучения, мкЗв/ч — не более 0,2;
- напряжение питающей сети переменного тока, В — 230 ± 23;
- частота питающей сети переменного тока, Гц — 50 ± 0,5.

8.3 Гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 (гамма-спектрометр EL 1309) рекомендуется расположить вдали от окна на расстоянии примерно 1,0 - 1,5 м от стены.

8.4 Спектрометр должен быть удален от источников электромагнитных полей (промышленные установки с электродвигателями мощностью более 1 кВт, электродинамические установки мощностью более 100 Вт, электрораспределительные щиты и т.п.) на расстояние не менее 3,0 м.

8.5 Необходимо обязательно подключить сетевой кабель ПК (БОИ) спектрометра к сети питания 230 В, 50 Гц через помехоподавляющий сетевой фильтр-распределитель из комплекта поставки спектрометра.

8.6 Измерение ОА (УА) с применением метода максимального правдоподобия используется для проб известного радионуклидного состава с радионуклидами ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K. В предположении или наличии информации о присутствии в пробе других, помимо контролируемых, гамма-излучающих радионуклидов, обработку сцинтилляционных спектров следует проводить с использованием спектрометрического метода.

9 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений выполняют следующие операции:

- подготавливают к работе гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 (гамма-спектрометр EL 1309);
- проводят отбор проб;
- подготавливают пробы к измерениям.

9.1 Подготовка к работе гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 (EL 1309)

9.1.1 Включают спектрометр и загружают программу «SPTR» в соответствии с разделом 5 руководства по эксплуатации (РЭ) (5.3) (для EL 1309 загружают программу «SPTR-ELG» в соответствии с разделом 7 паспорта (ПС) (7.2)).

9.1.2 Выполняют прогрев, контроль сохранности градуировки и оперативный контроль фона спектрометра в соответствии с разделом 5 РЭ (5.3.2) (для EL 1309 – раздел 7 ПС (7.3, 7.4, 7.5)).

9.2 Отбор проб

9.2.1 Отбор проб является начальным этапом радиометрического контроля, призванный обеспечить представительность проб, наиболее полно и достоверно характеризующих исследуемую партию продукции. Отбор проб осуществляют согласно ниже перечисленным стандартам и техническим нормативным правовым актам (ТНПА):

а) отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц в соответствии с СТБ 1050-2008;
б) отбор проб молока и молочных продуктов в соответствии с СТБ 1051-2012;
в) отбор проб хлеба и хлебобулочных изделий в соответствии с СТБ 1052-2011;
г) отбор проб пищевых продуктов в соответствии с СТБ 1053-98;
д) отбор проб овощей, фруктов и ягод в соответствии с СТБ 1054-2012;
е) отбор проб картофеля и корнеплодов в соответствии с СТБ 1055-2012;
ж) отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов в соответствии с СТБ 1056-98;
и) отбор проб поверхностных и сточных вод в соответствии СТБ 1057-98;
к) отбор проб питьевой воды в соответствии СТБ ГОСТ Р 51593-2001;
л) отбор проб почв в соответствии с ГОСТ 28168-89;
м) отбор и подготовку проб продукции лесного хозяйства в соответствии с ТКП 251-2010.

Отбор проб других видов материалов, сырья и изделий, подлежащих радиационному контролю, проводят в соответствии с утвержденными в установленном порядке ТНПА.

Приложение А

(справочное)

Сравнительная таблица ТНПА Республики Беларусь и нормативных документов Российской Федерации

Соответствие ТНПА Республики Беларусь и нормативных документов Российской Федерации приведены в **таблице А.1**.

Таблица А.1

ТНПА Республики Беларусь	Нормативные документы Российской Федерации
ТКП 181-2009 Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей	Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей
ТКП 251-2010 Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения	ГОСТ Р 50801-95 Древесное сырье, лесоматериалы, полуфабрикаты и изделия из древесины и древесных материалов. Порядок отбора проб и методы измерения удельной активности радионуклидов
ТКП 8.003-2011 Система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения	ГОСТ 8.513-84 Государственная система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения
СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений	ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
СТБ ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике	ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб	ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб
СТБ 1050-2008 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования	ГОСТ Р 51447-99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб
СТБ 1051-2012 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования	ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию
СТБ 1052-2011 Радиационный контроль. Отбор проб хлебобулочных изделий. Общие требования	
СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования	ГОСТ Р 51446-99 Микробиология. Продукты пищевые. Общие правила микробиологических исследований
СТБ 1054-2012 Радиационный контроль. Отбор проб овощей и фруктов. Общие требования	ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

Продолжение таблицы А.1

ТНПА Республики Беларусь	Нормативные документы Российской Федерации
СТБ 1055-2012 Радиационный контроль. Отбор проб картофеля и корнеплодов. Общие требования	ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб
СТБ 1056-98 Радиационный контроль. Отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов. Общие требования	ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
СТБ 1057-98 Радиационный контроль. Отбор проб поверхностных и сточных вод. Общие требования	ГОСТ Р 53415-2009 Вода. Отбор проб для микробиологического анализа
ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений. Основные положения	ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений
ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия	ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия	ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия	ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия	ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия	ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия	ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия	ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования	ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры	ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб	ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб
ГН от 28.12.2012 №213 Гигиенический норматив "Критерии оценки радиационного воздействия"	
СанПиН от 28.12.2012 №213 Санитарные правила и нормы "Требования радиационной безопасности"	СП 2.6.1.2523-09 "Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)"
СанПиН 2.6.1.8-8-2002 "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСП-2002)"	СП 2.6.1.2612-10 "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010"

2 Зам. ТИАЯ.57-2013

СОГЛАСОВАНО

Зам. директора БелГИМ

_____ Т.А.Коломиец

"15" 03 2012 г.

УТВЕРЖДАЮ

Директор УП "АТОМТЕХ"

_____ В.А.Кожемякин

"02" 03 2012 г.

ИЗВЕЩЕНИЕ ТИАЯ.24-2012

об изменении

МВИ.МН 1181-2011

Изменение "1"

РАЗРАБОТАНО
УП «АТОМТЕХ»

Главный метролог,
начальник отдела
радиационной метрологии
_____ В.Д. Гузов
"02" 03 2012 г.

УП «АТОМТЕХ»	ИЗВЕЩЕНИЕ	Обозначение		
	ТИАЯ.24-2012	МВИ.МН 1181-2011		
Дата выпуска	Срок изменения		Лист	Листов
			2	2
Причина	Отработка МВИ в связи с модернизацией ПО на МКС-АТ1315		Код	
Указание о заделе	Задела нет			
Указание о внедрении	—			
Применяемость	ТИАЯ.412151.004			
Разослать	По данным БТД			
Приложение	–			

Изм.	Содержание изменения
1	

Листы 8, 16 – 19, 30 заменить.

Составил	Мазурова			Н.контр.	Мананкова		
Проверил	Кийко			Утвердил	Маевский		
Т.контр.							
Изменение внес							

8.4 Спектрометр должен быть удален от источников электромагнитных полей (промышленные установки с электродвигателями мощностью более 1 кВт, электродинамические установки мощностью более 100 Вт, электрораспределительные щиты и т.п.) на расстояние не менее 3,0 м.

8.5 Необходимо обязательно подключить сетевой кабель ПК (БОИ) спектрометра к сети питания 230 В, 50 Гц через помехоподавляющий сетевой фильтр-распределитель из комплекта поставки спектрометра.

8.6 Измерение ОА (УА) с применением метода максимального правдоподобия используется для проб известного радионуклидного состава с радионуклидами ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K. В предположении или наличии информации о присутствии в пробе других, помимо контролируемых, гамма-излучающих радионуклидов, обработку сцинтилляционных спектров следует проводить с использованием спектрометрического метода.

9 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений выполняют следующие операции:

- подготавливают к работе гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 (гамма-спектрометр EL 1309);
- проводят отбор проб;
- подготавливают пробы к измерениям.

9.1 Подготовка к работе гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 (EL 1309)

9.1.1 Включают спектрометр и загружают программу «SPTR» в соответствии с разделом 5 руководства по эксплуатации (РЭ) (5.3) (для EL 1309 загружают программу «SPTR-ELG» в соответствии с разделом 7 паспорта (ПС) (7.2)).

9.1.2 Выполняют прогрев, контроль сохранности градуировки и оперативный контроль фона спектрометра в соответствии с разделом 5 РЭ (5.3.2) (для EL 1309 – раздел 7 ПС (7.3, 7.4, 7.5)).

9.2 Отбор проб

9.2.1 Отбор проб является начальным этапом радиометрического контроля, призванный обеспечить представительность проб, наиболее полно и достоверно характеризующих исследуемую партию продукции. Отбор проб осуществляют согласно ниже перечисленным стандартам и техническим нормативным правовым актам (ТНПА):

а) отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц в соответствии с СТБ 1050-2008;
б) отбор проб молока и молочных продуктов в соответствии с СТБ 1051-98;
в) отбор проб хлеба и хлебобулочных изделий в соответствии с СТБ 1052-98;
г) отбор проб пищевых продуктов в соответствии с СТБ 1053-98;
д) отбор проб овощей, фруктов и ягод в соответствии с СТБ 1054-98;
е) отбор проб картофеля и корнеплодов в соответствии с СТБ 1055-98;
ж) отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов в соответствии с СТБ 1056-98;
и) отбор проб поверхностных и сточных вод в соответствии СТБ 1057-98;
к) отбор проб питьевой воды в соответствии СТБ ГОСТ Р 51593-2001;
л) отбор проб почв в соответствии с ГОСТ 28168-89;
м) отбор и подготовку проб продукции лесного хозяйства в соответствии с ТКП 251-2010 (02080).

Отбор проб других видов материалов, сырья и изделий, подлежащих радиационному контролю, проводят в соответствии с утвержденными в установленном порядке ТНПА.

1 Зам. ТИАЯ.24-2012

Приложение Б
(обязательное)
Оценка погрешностей измерений

Б.1 Результирующая погрешность измерений ОА (УА) радионуклидов для гамма-бета-спектрометра **МКС-АТ1315** образуется из составляющих, представленных в **таблице Б.1**, для **EL 1309** – в **таблице Б.2**. Эти составляющие включают в себя случайную и неисключенные систематические погрешности.

Таблица Б.1 – Случайная и неисключенные систематические погрешности гамма-бета-спектрометра **МКС-АТ1315**

Составляющие погрешности результатов измерения ОА (УА) радионуклидов	Обозначение и величина погрешности	Нормативно-технический документ, в котором нормирована погрешность
1	2	3
1 Неисключенные систематические погрешности:		
- относительная основная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315	$\theta_1 = \pm 20$ %	РЭ на гамма-бета-спектрометр **МКС-АТ1315**
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении температуры окружающего воздуха от 10 до 35 °С	$\theta_2 = \pm 5$ %	То же
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении относительной влажности до 75 % при температуре 30 °С	$\theta_3 = \pm 5$ %	“
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении напряжения сетевого питания на (+10; -15%) от номинального значения	$\theta_4 = \pm 5$ %	“
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении напряженности магнитного поля до 40 А/м	$\theta_5 = \pm 5$ %	“
- относительная погрешность измерения массы (объема) пробы	$\theta_6 = \pm 2$ %	Настоящая методика
- относительная погрешность измерения массы (объема) счетного образца, полученного при концентрировании пробы	$\theta_7 = \pm 2$ %	То же
- относительная погрешность измерения массы фильтрующего материала ФИБАН-К-1	$\theta_8 = \pm 2$ %	“
- относительная погрешность коэффициента извлечения ^{90}Sr из молока на фильтрующий материал ФИБАН-К-1	$\theta_9 = \pm 20$ %	“

1 Зам. ТИАЯ.24-2012

Продолжение таблицы Б.1

1	2	3
- относительная погрешность коэффициента сорбции ^{90}Sr из питьевой воды на фильтрующий материал ФИБАН-К-1	$\theta_{10} = \pm 6$ %	Настоящая методика
2 Относительная случайная (статистическая) погрешность результата однократного измерения ОА (УА) радионуклидов при доверительной вероятности 0,95	ε, % (*)	Индицируется для каждого радионуклида на мониторе персонального компьютера в ходе выполнения измерений. Автоматически вычисляется на основе метода максимального правдоподобия
(*) Величина случайной (статистической) погрешности уменьшается с увеличением текущего времени экспозиции пробы (счетного образца) и обычно не превышает 20-40 % для однократного трехчасового измерения ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 2 до 10 Бк/л (Бк/кг) и ^{90}Sr в диапазоне от 20 до 40 Бк/л (Бк/кг).		

Таблица Б.2 Случайная и неисключенные систематические погрешности гамма-спектрометра **EL 1309**

Составляющие погрешности результатов измерения ОА (УА) радионуклидов	Обозначение и величина погрешности	Нормативно-технический документ, в котором нормирована погрешность
1	2	3
1 Неисключенные систематические погрешности:		
- относительная основная погрешность гамма-спектрометра EL 1309	$\theta_1 = \pm 30$ %	Паспорт (ПС) на гамма-спектрометр EL 1309
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении температуры окружающего воздуха от 10 до 35 °С	$\theta_2 = \pm 10$ %	То же
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении относительной влажности до 75 % при температуре 30 °С	$\theta_3 = \pm 10$ %	“
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении напряжения сетевого питания на (+10; -15 %) от номинального значения	$\theta_4 = \pm 10$ %	“

1 Зам. ТИАЯ.24-2012

Продолжение таблицы Б.2

1	2	3
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении напряженности магнитного поля до 40 А/м;	$\theta_5 = \pm 25$ %	Паспорт (ПС) на гамма-спектрометр EL 1309
- относительная погрешность измерения массы (объема) пробы	$\theta_6 = \pm 2$ %	Настоящая методика
2 Относительная случайная (статистическая) погрешность результата однократного измерения ОА (УА) радионуклидов при доверительной вероятности 0,95	ε, %	Индицируется на экране монитора персонального компьютера в ходе выполнения измерений. Величина случайной (статистической) погрешности уменьшается с увеличением текущего времени экспозиции пробы (счетного образца) и обычно не превышает 20 – 40 % для однократного трехчасового измерения ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 4 до 10 Бк/л (Бк/кг).

Б.2 В соответствии с МИ 1552-86 "Методические указания. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые однократные. Оценивание погрешностей результатов измерений" доверительные границы погрешности результата измерений ОА (УА) j-ого радионуклида оценивают по формуле:

$$\Delta(\mathrm{A}) = \mathrm{K}_{0,95}[\theta(\mathrm{A}) + \varepsilon(\mathrm{A})], \qquad (\text{Б.1})$$

где $\theta(\mathrm{A})$ - доверительная граница неисключенной систематической погрешности результата измерения A_j при доверительной вероятности 0,95;

$\varepsilon(\mathrm{A})$ - доверительная граница случайной (статистической) погрешности результата однократного измерения A_j при доверительной вероятности 0,95.

При наличии нескольких неисключенных систематических погрешностей значение $\theta(\mathrm{A})$ вычисляют по формуле:

$$\theta(\mathrm{A}) = 1{,}1 \cdot \sqrt{\sum \theta_i^2}\,, \qquad (\text{Б.2})$$

где θ_i - неисключенные составляющие погрешности результата измерения, приведенные в таблице Б.1 для МКС-АТ1315 (таблица Б.2 для EL 1309).

Примечание - Если неисключенная систематическая погрешность имеет место только у одной из составляющих θ_i, то неисключенную систематическую погрешность результата определяют границами этой погрешности, т.е. $\theta(\mathrm{A}) = \theta_i$.

Значения коэффициентов $K_{0,95}$ для доверительной вероятности 0,95 в зависимости от отношения $\theta(A)/S(A)$, где $S(A)=\varepsilon(A)/2$ - среднее квадратическое отклонение результата однократного измерения A_j, приведены в **таблице Б.3**.

Таблица Б.3

$\theta(A)/S(A)$	0,8	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0
$K_{0,95}$	0,76	0,74	0,71	0,73	0,76	0,78	0,79	0,80	0,81

Б.3 Если $\theta(A)/S(A) < 0,8$, то неисключенной систематической погрешностью пренебрегают и принимают в качестве погрешности результата измерений доверительную границу случайной (статистической) погрешности $\varepsilon(A)$.

Б.4 $\theta(A)/S(A) > 8,0$, то случайной (статистической) погрешностью пренебрегают и принимают в качестве погрешности результата измерений доверительную границу неисключенной систематической погрешности $\theta(A)$.

Б.5 Если $0,8 \le \theta(A)/S(A) \le 8,0$, то доверительную границу погрешности результата измерений вычисляют по формуле (Б.1).

Б.6 Пример оценки погрешностей результатов измерений ОА (УА) радионуклида на **EL 1309**

По результатам однократного измерения при температуре +30 °С, влажности 70 % «сырой» пробы некоторого объекта получены следующие данные:

УА ^{137}Cs $\mathbf{A_{изм}}$ = 152,4 Бк/кг при статистической погрешности $\varepsilon(A)$ = 17,8 %.

Доверительная граница неисключенной систематической погрешности результата измерения при доверительной вероятности 0,95 с учетом рекомендации 11.2 (температура не соответствует нормальным условиям (7.2)) и примечания Б.2:

$$\theta(A) = 1,1 \cdot \sqrt{\theta_1^2 + \theta_2^2} = 1,1 \cdot \sqrt{30^2 + 10^2} = 34,8\ \%.$$

Вычисляют отношения $\theta(A)/S(A)$, учитывая, что $S(A)=\varepsilon(A)/2$, где $\varepsilon(A)$ - статистическая погрешность, полученные для радионуклидов по результатам измерений:

$$\theta(A)/S(A) = 2 \cdot \theta(A)/\varepsilon(A) = 2 \cdot 34,8/17,8 = 3,9$$

Отношение $\theta(A)/S(A)$ лежит в диапазоне $0,8 < 3,9 < 8$, поэтому согласно Б.5 доверительные границы погрешности результата измерения УА ^{137}Cs оценивают по формуле (Б.1) с учетом таблицы Б.3:

$$\Delta(A) = K_{0,95}[\theta(A) + \varepsilon(A)] = 0,76 \cdot [34,8 + 17,8] = 40,0\ \%$$

Доверительную границу абсолютной погрешности результата измерения УА ^{137}Cs вычисляют по формуле:

$$\Delta = \mathbf{A_{изм}} \cdot \Delta(A)/100 = 152,4 \cdot 40,0/100 = 61,0\ \text{Бк/кг}$$

Окончательно результаты измерения УА радионуклидов в «сырой» пробе записывают в виде:

$$\mathbf{A_{изм}} = (152,4 \pm 61,0)\ \text{Бк/кг}.$$

Приложение К

(обязательное)

Форма журнала регистрации контроля качества измерений

Таблица К.1 Контрольная карта данных для цезия-137 (сосуд Маринелли 1,0 л)

Дата	A_1, Бк/кг	A_2, Бк/кг	A_3, Бк/кг	$A_{ср}$, Бк/кг	w, Бк/кг	s_r, Бк/кг	r, Бк/кг	$CR_{0,95}(3)$ Бк/кг	μ, Бк/кг	$\lvert A_{ср}-\mu \rvert$, Бк/кг	CD Бк/кг	Комментарий
06.10.2011	21,5	22,1		21,8	0,6	1,29	3,6		24,0	2,2	3,52	
10.11.2011	25,3	20,6		22,9	4,7	1,35	3,77		24,0	1,1	3,67	$w > r$
	25,3	20,6	22,6	22,8	2,7	1,34	3,76	4,4	24,0	1,2	3,65	$w < r$, третье измерение удовлетво-рительно

ГЛАСОВАНО

Заместитель директора по науке
республиканского унитарного предприятия
«Белорусский государственный
институт метрологии»

«17» 11 2011 г.

УТВЕРЖДАЮ

Директор научно-производственного
унитарного предприятия
«АТОМТЕХ»

В.А. Кожемякин

«17» 11 2011 г.

Методика

выполнения измерений объемной и удельной активности ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-бета-спектрометре типа МКС-АТ1315, объемной и удельной активности гамма-излучающих радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-спектрометре типа EL 1309 (МКГ-1309) в пищевых продуктах, питьевой воде, почве, сельскохозяйственном сырье и кормах, продукции лесного хозяйства, других объектах окружающей среды

МВИ.МН 1181-2011

(взамен МВИ.МН 1181-2007)

МВИ аттестована
ГУП "Белорусский государственный
институт метрологии"
Свидетельство об аттестации
№ 663/2011
от "11" 11 2011 г.

ВНЕСЕНО ИЗМЕНЕНИЕ № 5
от 14.09 2015 г.

ВНЕСЕНО ИЗМЕНЕНИЕ № 4
от 05.03 2015 г.

ВНЕСЕНО ИЗМЕНЕНИЕ № 3
изв. ТНА9.86-2014 от 25.09.14

Разработчик: Научно-производственное унитарное предприятие «АТОМТЕХ»

ВНЕСЕНО ИЗМЕНЕНИЕ № 2
изв. ТНА9.57-2013 от 14.08.13

ВНЕСЕНО ИЗМЕНЕНИЕ № 1
изв. ТНА9.24-2012
от 15.03.12

Минск-2011

Содержание

1 Назначение и область применения 3
2 Нормативные ссылки 3
3 Точность измерений 4
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы 6
5 Методы измерений 6
6 Требования безопасности 7
7 Требования к квалификации операторов 7
8 Условия измерений 7
9 Подготовка к выполнению измерений 8
10 Выполнение измерений 9
11 Обработка и интерпретация результатов измерений 10
12 Контроль точности получаемых результатов измерений 11
13 Оформление результатов измерений 13
Приложение А 14
Приложение Б 16
Приложение В 20
Приложение Г 22
Приложение Д 24
Приложение Е 25
Приложение Ж 26
Приложение И 28
Приложение К 30

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящая методика устанавливает совокупность правил и процедур выполнения измерений объемной активности (ОА) и удельной активности (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-спектрометре EL 1309 в пищевых продуктах, питьевой воде, почве, сельскохозяйственном сырье и кормах, продукции лесного хозяйства, других объектах окружающей среды.

1.2 Диапазоны измерения ОА (УА) ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K при плотности «сырых» проб от 0,2 до 1,6 г/см^3 составляют:

- для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315:
  - от 20 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr;
  - от 2 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs;
  - от 20 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K,
- для гамма-спектрометра EL 1309:
  - от 4 до 10^6 Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs;
  - от 60 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K.

1.3 Методика применяется в ходе выполнения измерений ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах и ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr в концентрированных счетных образцах проб, подготовленных к измерениям с использованием различных способов концентрирования (высушивание, выпаривание, обугливание и т.д.).
Методика применяется при измерении ОА радионуклида ^{90}Sr в питьевой воде и молоке с использованием концентрирования ^{90}Sr в счетном образце (проба-фильтр) на основе волокнистого катионита ФИБАН-К-1 методом ионного обмена.

1.4 Измерение ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах объектов радиационного контроля проводят в геометриях сосуда Маринелли 1,0 л, плоского сосуда 0,5 л и сосуда «Дента» 0,1 л. Измерения концентрированных счетных образцов проб проводят в геометриях плоских сосудов 0,2 л и 0,03 л.

1.5 Измерение ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr на уровне менее 20 Бк/л (Бк/кг) выполняется для проб, подготовленных различными способами концентрирования объектов радиационного контроля. Нижняя граница диапазона измерения ОА (УА) в пересчете на исходную «сырую» пробу составляет не более:

- 0,2 Бк/л для ^{90}Sr в питьевой воде;
- 1,5 Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr в молоке и специализированном детском питании в готовом для употребления виде;
- 2,0 Бк/кг для ^{90}Sr в картофеле, хлебе и хлебопродуктах.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике выполнения измерений (далее – МВИ) использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

- ТКП 181-2009 (02230) Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей
- ТКП 251-2010 (02080) Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения
- СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
- СТБ ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
- СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб

- СТБ 1050-2008 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования
- СТБ 1051-98 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования
- СТБ 1052-98 Радиационный контроль. Отбор проб хлеба и хлебобулочных изделий. Общие требования
- СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования
- СТБ 1054-98 Радиационный контроль. Отбор проб овощей, фруктов и ягод. Общие требования
- СТБ 1055-98 Радиационный контроль. Отбор проб картофеля и корнеплодов. Общие требования
- СТБ 1056-98 Радиационный контроль. Отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов. Общие требования
- СТБ 1057-98 Радиационный контроль. Отбор проб поверхностных и сточных вод. Общие требования
- СТБ 8003-93 Система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения
- ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений
- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
- ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб
- ГН 2.6.1.8-127-2000 Нормы радиационной безопасности (НРБ-2000)
- СанПиН 2.6.1.8-8-2002 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСП-2002).

Гармонизация требований нормативных документов Республики Беларусь и Российской Федерации приведена в **приложении А**.

3 Точность измерений

3.1 Границы погрешности результатов измерений (P=0,95) по данной методике для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 составляют:

- (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 2 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);
- (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{90}Sr в диапазоне от 0,2 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);
- (30 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{40}K в диапазоне от 20 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг).

Оценка погрешностей результатов измерений, устанавливаемая в соответствии с МИ 1552-86, осуществляется автоматически в ходе выполнения измерений средствами программного обеспечения гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 по алгоритмам, приведенным в **приложении Б**.

3.2 Границы погрешности измерения ОА (УА) ^{137}Cs на гамма-спектрометре EL 1309 с доверительной вероятностью 0,95 по данной методике составляют (30 – 50) % в диапазоне от 4 до 10^6 Бк/л (Бк/кг).

Оценку погрешностей полученных результатов измерений с использованием гамма-спектрометра EL 1309 проводят по алгоритму, приведенному в **приложении Б.**

3.3 Показатели точности настоящей МВИ получены в ходе прецизионных экспериментов при аттестации данной методики.

Показатели точности при измерении УА ^{90}Sr были получены из международного межлабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с СТБ ИСО 5725-2-2002 в 2004 г., в который было вовлечено 17 лабораторий. Каждой лаборатории было предоставлено по три контрольных образца удельной активности ^{90}Sr (~20, 65 и 115 Бк/кг). Данные всех лабораторий были включены в расчет показателей точности.

Показатели точности при измерении УА ^{137}Cs были получены из межлабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с СТБ ИСО 5725-2-2002 в 2007 г., в который было вовлечено 10 лабораторий. Каждой лаборатории было предоставлено по три контрольных образца удельной активности ^{137}Cs (~25, 110 и 190 Бк/кг). Данные всех лабораторий были включены в расчет показателей точности.

Зависимости показателей точности от значения измеренной активности ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K приведены в **таблице 3.1.**

Таблица 3.1 Показатели точности результатов измерения активности ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K

Измеряемая величина	Диапазон измеряемой величины, Бк/кг	Границы погрешности, %	Показатели точности		
			Стандартное отклонение повторяемости S_r, Бк/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, Бк/кг	Критическая разность CD, Бк/кг
МКС-АТ1315					
УА ^{90}Sr, Бк/кг	От 0,2 до 20	30-50	$0{,}064 \cdot A_{изм} + 0{,}018$	$0{,}200 \cdot A_{изм} + 0{,}004$	$0{,}390 \cdot A_{ср} + 0{,}0004$
	От 21 до 60	30-50	$0{,}082 \cdot A_{изм} + 1{,}496$	$0{,}168 \cdot A_{изм} + 0{,}550$	$0{,}310 \cdot A_{ср} + 0{,}7900$
	От 61 до 10^6	20-30	$0{,}018 \cdot A_{изм} + 5{,}357$	$0{,}046 \cdot A_{изм} + 8{,}036$	$0{,}085 \cdot A_{ср} + 14{,}220$
УА ^{137}Cs, Бк/кг	От 2 до 25	30-50	$0{,}054 \cdot A_{изм} + 0{,}111$	$0{,}079 \cdot A_{изм} + 0{,}354$	$0{,}130 \cdot A_{ср} + 0{,}6900$
	От 26 до 110	20-30	$0{,}025 \cdot A_{изм} + 0{,}807$	$0{,}071 \cdot A_{изм} + 0{,}411$	$0{,}140 \cdot A_{ср} + 0{,}4500$
	От 111 до 10^6	20-25	$0{,}004 \cdot A_{изм} + 3{,}096$	$0{,}032 \cdot A_{изм} + 4{,}621$	$0{,}070 \cdot A_{ср} + 8{,}5100$
УА ^{40}K, Бк/кг	От 20 до $2 \cdot 10^4$	30-50	$0{,}029 \cdot A_{изм} + 2{,}325$	$0{,}046 \cdot A_{изм} + 2{,}557$	$0{,}11 \cdot A_{ср} + 5{,}75$
EL 1309					
УА ^{137}Cs, Бк/кг	От 4 до 25	30-50	$0{,}054 \cdot A_{изм} + 0{,}111$	$0{,}079 \cdot A_{изм} + 0{,}354$	$0{,}13 \cdot A_{ср} + 0{,}69$
	От 26 до 110	30-40	$0{,}025 \cdot A_{изм} + 0{,}807$	$0{,}071 \cdot A_{изм} + 0{,}411$	$0{,}14 \cdot A_{ср} + 0{,}45$
	От 111 до 10^6	30-35	$0{,}004 \cdot A_{изм} + 3{,}096$	$0{,}032 \cdot A_{изм} + 4{,}621$	$0{,}07 \cdot A_{ср} + 8{,}51$

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

При выполнении измерений применяются следующие средства измерений, вспомогательные устройства и расходные материалы:

- гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 ТУ РБ 37318323.008-99 с пределом основной относительной погрешности измерения ОА (УА) ± 20 %;
- гамма-спектрометр EL 1309 ТУ РБ 37318323.001-95 с пределом основной относительной погрешности измерения ОА (УА) ± 30 %;
- контрольный источник ^{137}Cs типа ОСГИ-3-1 активностью ~9 кБк для проверки сохранности градуировки МКС-АТ1315 и EL 1309;
- измерительные сосуды для размещения проб в необходимой геометрии измерения и приспособление для уплотнения проб;
- лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания до 3000 г, с погрешностью не более ± 2 %;
- помехоподавляющий сетевой фильтр-распределитель;
- посуда мерная, набор химической посуды, реактивы и другое оборудование согласно требованиям, изложенным в **приложениях В – Е.**

Допускается применять аппаратуру, вспомогательные устройства, материалы с характеристиками не хуже указанных. Средства измерения должны быть поверены в соответствии с СТБ 8003-93.

5 Методы измерений

5.1 Измерение ОА (УА) на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 выполняют методом регистрации гамма- и бета-излучения сцинтилляционными блоками детектирования.

Для регистрации гамма-излучения применяется блок детектирования на основе сцинтилляционного кристалла NaI(Tl) размерами ∅63 × 63 мм.

Для регистрации бета-излучения используется органический сцинтиллятор на основе полистирола, активированного паратерфинилом, размерами ∅128 × 9 мм.

Результатом регистрации гамма- и бета-излучения в исследуемой пробе в заданной геометрии являются аппаратурные спектры, которые выводятся в реальном масштабе времени на монитор ПК в диапазоне каналов от 0 до 1023.

Программное обеспечение гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 позволяет рассчитывать активность радионуклидов в пробе путем обработки полученных аппаратурных спектров методом максимального правдоподобия. Анализу и обработке одновременно подвергаются данные гамма- и бета-спектрометрических трактов. Данный метод обработки спектров при измерении активности предполагает, что радионуклидный состав пробы известен.

5.2 Измерение ОА (УА) на гамма-спектрометре EL 1309 выполняют методом регистрации гамма-излучения сцинтилляционным блоком детектирования на основе кристалла NaI(Tl) ∅63 × 63 мм. Измерение активности радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K в пробе осуществляют путем экспозиции пробы в заданной геометрии с последующей обработкой полученного спектра гамма-излучения средствами программного обеспечения с использованием «оконного» метода. Энергетический диапазон спектрометра от 50 до 3000 кэВ разбит на отдельные интервалы, ширина и положение которых выбраны под конкретный предполагаемый состав радионуклидов в счетном образце пробы.

5.3 Спектрометрический метод обработки аппаратурных спектров в гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и гамма-спектрометре EL 1309 используют в случае неизвестного или сложного радионуклидного состава исследуемой пробы.

6 Требования безопасности

6.1 При подготовке к работе и при проведении измерений соблюдают требования гигиенических нормативов ГН 2.6.1.8-127-2000 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-2000)», санитарных правил и норм СанПиН 2.6.1.8-8-2002 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСП-2002)», а также требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации на используемые средства измерений и вспомогательные устройства.

6.2 Организация работы по электробезопасности должна соответствовать требованиям, изложенным в «Межотраслевых правилах по охране труда при работе в электроустановках» и ТКП 181-2009 «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей».

6.3 Работа с гамма-бета-спектрометром МКС-АТ1315 и гамма-спектрометром EL 1309 при соблюдении правил эксплуатации не оказывает вредного воздействия на человека и окружающую среду.

7 Требования к квалификации операторов

7.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают операторов с квалификацией не ниже техника-радиометриста, знакомых с основами спектрометрии и радиометрии, изучивших эксплуатационную документацию на используемые средства измерений и настоящую методику.

7.2 К приготовлению счетных образцов допускают лиц с квалификацией не ниже лаборанта-химика и имеющих допуск к работе с кислотами и щелочами.

7.3 При проведении измерений на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и гамма-спектрометре EL 1309 оператор должен иметь навыки работы с ПК.

8 Условия измерений

8.1 При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С — от 10 до 35;
- атмосферное давление, кПа — от 84 до 106,7;
- относительная влажность воздуха при температуре 30 °С и более низких температурах без конденсации влаги, % — до 75;
- внешний фон гамма-излучения, мкЗв/ч — не более 0,2;
- напряжение питающей сети переменного тока, В — 230 (+23;-35);
- частота питающей сети переменного тока, Гц — 50 ± 2;
- напряженность внешнего магнитного поля, А/м — не более 40.

Окружающая среда, где устанавливают средства измерений, не должна содержать пыли, паров кислот и щелочей, агрессивных газов и других вредных примесей.

8.2 Нормальные условия эксплуатации спектрометра:

- температура окружающего воздуха, °С — 20 ± 5;
- атмосферное давление, кПа — от 86 до 106,7;
- относительная влажность воздуха, % — 60 (+20; -30);
- внешний фон гамма-излучения, мкЗв/ч — не более 0,2;
- напряжение питающей сети переменного тока, В — 230 ± 23;
- частота питающей сети переменного тока, Гц — 50 ± 0,5.

8.3 Гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 (гамма-спектрометр EL 1309) рекомендуется расположить вдали от окна на расстоянии примерно 1,0 - 1,5 м от стены.

8.4 Спектрометр должен быть удален от источников электромагнитных полей (промышленные установки с электродвигателями мощностью более 1 кВт, электродинамические установки мощностью более 100 Вт, электрораспределительные щиты и т.п.) на расстояние не менее 3,0 м.

8.5 Необходимо обязательно подключить сетевой кабель ПК (БОИ) спектрометра к сети питания 230 В, 50 Гц через помехоподавляющий сетевой фильтр-распределитель из комплекта поставки спектрометра.

8.6 Измерение ОА (УА) с применением метода максимального правдоподобия используется для проб известного радионуклидного состава с радионуклидами ^{90}Sr, ^{137}Cs и ^{40}K. В предположении или наличии информации о присутствии в пробе других, помимо контролируемых, гамма-излучающих радионуклидов, обработку сцинтилляционных спектров следует проводить с использованием спектрометрического метода.

9 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений выполняют следующие операции:

- подготавливают к работе гамма-бета-спектрометр МКС-АТ1315 (гамма-спектрометр EL 1309);
- проводят отбор проб;
- подготавливают пробы к измерениям.

9.1 Подготовка к работе гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 (EL 1309)

9.1.1 Включают спектрометр и загружают программу «SPTR» в соответствии с разделом 5 руководства по эксплуатации (РЭ) (5.3) (для EL 1309 загружают программу «SPTR-ELG» в соответствии с разделом 7 паспорта (ПС) (7.2)).

9.1.2 Через 30 мин (время установления рабочего режима) проводят контроль сохранности градуировки и оперативный контроль фоновых характеристик спектрометра в соответствии с разделом 5 РЭ (5.3.2, 5.4.3) (для EL 1309 раздел 7 ПС (7.3, 7.4, 7.5)).

9.2 Отбор проб

9.2.1 Отбор проб является начальным этапом радиометрического контроля, призванный обеспечить представительность проб, наиболее полно и достоверно характеризующих исследуемую партию продукции. Отбор проб осуществляют согласно ниже перечисленным стандартам и техническим нормативным правовым актам (ТНПА):

а) отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц в соответствии с СТБ 1050-2008;
б) отбор проб молока и молочных продуктов в соответствии с СТБ 1051-98;
в) отбор проб хлеба и хлебобулочных изделий в соответствии с СТБ 1052-98;
г) отбор проб пищевых продуктов в соответствии с СТБ 1053-98;
д) отбор проб овощей, фруктов и ягод в соответствии с СТБ 1054-98;
е) отбор проб картофеля и корнеплодов в соответствии с СТБ 1055-98;
ж) отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов в соответствии с СТБ 1056-98;
и) отбор проб поверхностных и сточных вод в соответствии СТБ 1057-98;
к) отбор проб питьевой воды в соответствии СТБ ГОСТ Р 51593-2001;
л) отбор проб почв в соответствии с ГОСТ 28168-89;
м) отбор и подготовку проб продукции лесного хозяйства в соответствии с ТКП 251-2010 (02080).

Отбор проб других видов материалов, сырья и изделий, подлежащих радиационному контролю, проводят в соответствии с утвержденными в установленном порядке ТНПА.

9.3 Подготовка проб к измерениям

9.3.1 Подготовка проб к измерениям включает в себя предварительную обработку доставленной в лабораторию продукции, приготовление счетного образца в виде «сырой» пробы и, при необходимости, дальнейшую обработку пробы с целью ее концентрирования разными способами (фильтрация, высушивание, обугливание, частичное озоление и т.д.) для измерения ОА (УА) ^{90}Sr менее 20 Бк/л (Бк/кг).

9.3.2 Подготовка «сырой» пробы заключается в обычной обработке пищевых продуктов.

Клубни, корнеплоды, зелень и т.п. промывают проточной водой.

С капусты удаляют несъедобные листья.

Рыбу очищают от чешуи и внутренностей, промывают проточной водой.

С колбасных изделий и сыра удаляют защитную оболочку.

Твердые продукты измельчают с помощью ножа, мясорубки, кофемолки, терки и др. либо вырезают пробу нужного объема по форме близкой к конфигурации измерительного сосуда.

9.3.3 Перед измерением УА пробы предварительно измеряют ее массу с помощью весов с погрешностью не более ± 2 %. Для определения массы пробы взвешивают сосуд до и после заполнения, а затем из второго результата вычитают первый.

9.3.4 Пробу равномерно размещают в сосуде и с помощью уплотнителя из комплекта поставки утрамбовывают, обеспечивая номинальный объем заполнения измерительного сосуда.

9.3.5 Подготовку проб питьевой воды, цельного молока, хлебопродуктов, картофеля и специализированного детского питания с целью концентрирования для определения содержания ОА (УА) ^{90}Sr осуществляют согласно **приложениям В – Ж.**

9.3.6 При необходимости, концентрирование объектов окружающей среды биологического происхождения различной консистенции для определения ОА (УА) ^{90}Sr можно осуществлять методом частичной минерализации согласно **приложению И.**

9.3.7 Подготовка проб почв и других видов материалов, сырья и изделий, подлежащих радиационному контролю, проводят в соответствии с утвержденными в установленном порядке ТНПА.

10 Выполнение измерений

Измерение ОА (УА) радионуклидов (1.1) в общем случае состоит из двух этапов: измерение фона и измерение активности образца.

10.1 Измерение фона

Измерение фоновых характеристик (рабочих фоновых спектров), используемых при измерении ОА (УА) радионуклидов, для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 осуществляют согласно разделу 5 РЭ (5.4.2.1) (для EL 1309 раздел 7 ПС (7.5.2.1)).

Фон измеряют с сосудом, заполненным дистиллированной водой для учета эффекта экранирования излучения самой пробой, за время измерения не менее 3 ч. Сохраняют измеренный спектр выбором в режиме «Файл» функции «Запись рабочего фона».

При плотности пробы менее 0,3 г/см^3, что характерно для сухих легких проб (чай, сухие травы, высушенный фильтр и т.д.), измерение фона проводят без сосуда за время измерения не менее 3 ч. Сохраняют измеренный спектр выбором в режиме «Файл» функции «Запись контрольного фона».

10.2 Измерение активности

При измерении ОА (УА) радионуклидов образцы проб разделяются на три типа: «сырая» проба, концентрированная проба и проба-фильтр. Измерение активности в каждом виде пробы осуществляется по отдельным алгоритмам.

10.2.1 Измерение ОА (УА) радионуклидов (1.1) «сырой» пробы выполняют путем экспозиции исследуемой пробы, установленной в блок защиты, без специальной пробоподготовки на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 в соответствии с разделом 5 РЭ (5.6), на гамма-спектрометре EL 1309 в соответствии с разделом 7 ПС (7.7).

10.2.2 Измерение ОА (УА) радионуклидов (1.3) концентрированной пробы, приготовленной согласно **приложению И,** выполняют на МКС-АТ1315 в плоском сосуде емкостью 0,2 л или 0,03 л в соответствии с разделом 5 РЭ (5.6.1.3).

10.2.3 Измерение ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr с использованием пробы-фильтра выполняют на МКС-АТ1315 в плоском сосуде емкостью 0,2 л в соответствии с разделом 5 РЭ (5.6.1.4).

11 Обработка и интерпретация результатов измерений

11.1 Специальной обработки результатов измерений, полученных в соответствии с разделом 8 (8.2) данной методики, на гамма-бета-спектрометре **МКС-АТ1315** не требуется. Результат измерения $A_{изм}$ и границы погрешности Δ рассчитываются автоматически.

Примечание – ***При использовании гамма-спектрометра EL 1309 для представления результата измерения согласно 11.3 настоящей МВИ необходимо самостоятельно провести расчет границ погрешности*** Δ ***согласно алгоритму, приведенному в приложении Б (Б.1-Б.5, пример расчета*** Δ ***представлен в Б.6).***

11.2 При проведении измерений активности радионуклидов (1.1) в условиях, отличных от нормальных (8.2), расчет границ погрешности Δ проводят согласно алгоритмам, приведенным в **приложении Б**.

11.3 Результатом измерения ОА (УА) радионуклидов в исследуемой пробе является интервал возможных значений, в котором с доверительной вероятностью P=0,95 находится «истинное» значение измеряемой величины A:

$$A_{изм} - \Delta \le A \le A_{изм} + \Delta,$$

поэтому результат измерения ОА (УА) радионуклида должен быть представлен в виде:

$$A_{изм} \pm \Delta, \text{ (P=0,95)},$$

где $A_{изм}$ – измеренное значение ОА (УА), индицируемое на мониторе ПК в процессе или по окончании измерения, Бк/л (Бк/кг);

Δ – границы погрешности результата измерения, Бк/л (Бк/кг).

Численное значение погрешности Δ представляют так, чтобы оно оканчивалось цифрами того же разряда, что и значение результата измерения.

11.4 Если на продукцию, сырье, материал или другой контролируемый объект окружающей среды установлен предельно допустимый уровень объемной (удельной) активности радионуклида (норматив) N, то согласно 5.1.3 ГОСТ 8.010-99 измерение может быть остановлено при выполнении условия

$$\Delta < 0{,}3 \cdot N.$$

12 Контроль точности получаемых результатов измерений

Контроль точности результатов измерений проводят для обеспечения гарантий стабильности и подконтрольности выполнения измерительного процесса.
В процессе контроля определяют соответствие результатов контрольных измерений показателям прецизионности, полученным из межлабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с СТБ ИСО 5725-2-2002.

Контролируемыми показателями по 12.1 и 12.2 являются пределы повторяемости и воспроизводимости.

Пределы повторяемости и воспроизводимости согласно СТБ ИСО 5725-6-2002, раздел 4, получены следующим образом:

- ***предел повторяемости*** r – разность между двумя результатами испытаний, полученными на идентичном испытываемом материале одним оператором с использованием одного и того же прибора в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, будет превышать предел повторяемости r в среднем не более одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном функционировании метода

$$r = 2{,}8 \cdot s_r , \qquad (12.1)$$

где s_r – стандартное отклонение повторяемости, полученное по результатам межлабораторного эксперимента, Бк/кг;

- ***предел воспроизводимости*** R – результаты испытаний на идентичном испытываемом материале, сообщенные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости R в среднем не более одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном функционировании метода.

$$R = 2{,}8 \cdot s_R , \qquad (12.2)$$

где s_R – стандартное отклонение воспроизводимости, полученное по результатам межлабораторного эксперимента, Бк/кг;

Показатели прецизионности – стандартное отклонение повторяемости и стандартное отклонение воспроизводимости, приведены в таблице 3.1 настоящей МВИ.

12.1 Контроль повторяемости результатов измерений

Контроль повторяемости результатов измерений проводят путем сравнения расхождения двух последовательных результатов измерений удельной активности контрольного образца с пределом повторяемости r.

Результат контроля считается положительным, если выполняется условие:

$$w = |A_1 - A_2| \le r , \qquad (12.3)$$

где w – размах, абсолютная разница между первым и вторым результатом измерений активности в образце, Бк/кг;

A_1 – первый результат из двух последовательных измерений, Бк/кг;

A_2 – второй результат из двух последовательных измерений, Бк/кг;

r – предел повторяемости в зависимости от уровня удельной активности радионуклида (^{137}Cs, ^{90}Sr или ^{40}K) при доверительной вероятности 0,95 и числе измерений, равном двум, Бк/кг. Определяется по формуле (12.1).

Если абсолютное расхождение между полученными результатами двух измерений не превышает предела повторяемости, то результат контроля повторяемости измерений признают удовлетворительным и в качестве результата измерения принимают среднее значение из двух.

Если абсолютное расхождение превышает предел повторяемости (r), то необходимо выполнить еще одно измерение и проверить условие

$$|A_1 - A_3| \le CR_{0,95}(3), \qquad (12.4)$$

где A_1 и A_3 – первое и последнее значения из трех результатов измерений;

$CR_{0,95}(3)=3,3 \cdot s_r$ – критический размах при доверительной вероятности 0,95 и числе измерений, равном трем,

где s_r – стандартное отклонение повторяемости, значение которого для каждого радионуклида и спектрометра представлено в виде функциональной зависимости в таблице 3.1.

Если расхождение между первым и последним результатами трех измерений не превышает критического размаха, то результат контроля повторяемости измерений признают удовлетворительным и в качестве результата измерений принимают среднее значение из трех.

Если расхождение между первым и последним результатами трех измерений больше критического размаха для n=3, необходимо выяснить и устранить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

12.2 Контроль воспроизводимости результатов измерений

Контроль воспроизводимости результатов измерений проводят путем сравнения расхождения средних значений результатов измерений контрольного образца двух «лабораторий» с критической разностью CD_R.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие:

$$W = |\overline{A_1} - \overline{A_2}| \le CD_R, \qquad (12.5)$$

где W – абсолютная разность средних значений результатов измерений активности в контрольном образце двух «лабораторий», Бк/кг;

$\overline{A_1}$ – среднее значение результатов измерений (число измерений n=5) первой «лаборатории», Бк/кг;

$\overline{A_2}$ – среднее значение результатов измерений (число измерений n=5) второй «лаборатории», Бк/кг;

$$CD_R = \sqrt{R^2 - (1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}) \cdot r^2} = \sqrt{R^2 - (1 - \frac{1}{2 \cdot 5} - \frac{1}{2 \cdot 5}) \cdot r^2} = \sqrt{R^2 - 0,8 \cdot r^2}, \qquad (12.6)$$

где r – предел повторяемости в зависимости от уровня удельной активности радионуклида (^{137}Cs, ^{90}Sr или ^{40}K)

R – предел воспроизводимости в зависимости от уровня удельной активности радионуклида (^{137}Cs, ^{90}Sr или ^{40}K), Бк/кг.

Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в СТБ ИСО 5725-6-2002 (5.3.3).

12.3 **Контроль правильности результатов измерений**

Контроль правильности результатов измерений удельной активности ^{90}Sr (^{137}Cs) проводят путем сравнения абсолютной разности среднего значения измеренной активности и аттестованного значения активности контрольного образца с показателем критической разности ***CD***. Зависимости критической разности ***CD*** от среднего значения измеренной активности $A_{ср}$, установленные в прецизионных экспериментах, представлены в таблице 3.1.

Правильность измерения признают удовлетворительной, если выполняется условие:

$$|A_{ср} - \mu| \le CD, \qquad (12.7)$$

где $A_{ср}$ – среднее значение двух результатов измерений удельной активности ^{90}Sr (^{137}Cs) в контрольном образце, Бк/кг;

μ – аттестованное значение удельной активности ^{90}Sr (^{137}Cs) контрольного образца, Бк/кг;

CD – критическая разность в зависимости от уровня удельной активности ^{90}Sr (^{137}Cs), Бк/кг (таблица 3.1).

В случае превышения критической разности выполняют третье измерение удельной активности и вычисляют среднее значение трех измерений. При повторном превышении критической разности должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

12.4 Результаты контроля точности заносят в журнал по рекомендуемой форме, приведенной в **приложении К, таблица К.1**, с примером заполнения журнала.

Примечание – ***Периодичность выполнения контроля повторяемости, воспроизводимости и правильности должна быть установлена в руководстве по качеству или в другом руководящем документе аккредитованной лаборатории.***

13 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют записью в журнале по рекомендуемой форме, приведенной в **таблице 13.1**.

Таблица 13.1

Дата и номер измерения	Наименование объекта радиационного контроля. Данные этикетки пробы (счетного образца)	Результаты измерений ОА (УА) радионуклидов (показания спектрометра) в соответствии с 11.3 $A_{изм} \pm \Delta$	Подпись лица, проводившего измерения

Приложение А

(справочное)

Сравнительная таблица ТНПА Республики Беларусь и нормативных документов Российской Федерации

Соответствие ТНПА Республики Беларусь и нормативных документов Российской Федерации приведены в **таблице А.1.**

Таблица А.1

ТНПА Республики Беларусь	Нормативные документы Российской Федерации
ТКП 181-2009 Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей	Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей
ТКП 251-2010 Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения	ГОСТ Р 50801-95 Древесное сырье, лесоматериалы, полуфабрикаты и изделия из древесины и древесных материалов. Порядок отбора проб и методы измерения удельной активности радионуклидов
СТБ 8003-93 Система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения	ГОСТ 8.513-84 Государственная система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения
СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений	ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб	ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб.
СТБ 1050-98 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования	ГОСТ Р 51447-99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб
СТБ 1051-98 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования	ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию
СТБ 1052-98 Радиационный контроль. Отбор проб хлеба и хлебобулочных изделий. Общие требования	
СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования	ГОСТ Р 51446-99 Микробиология. Продукты пищевые. Общие правила микробиологических исследований
СТБ 1054-98 Радиационный контроль. Отбор проб овощей, фруктов и ягод. Общие требования	ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб
СТБ 1055-98 Радиационный контроль. Отбор проб картофеля и корнеплодов. Общие требования	ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

Продолжение таблицы А.1

ТНПА Республики Беларусь	Нормативные документы Российской Федерации
СТБ 1056-98 Радиационный контроль. Отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов. Общие требования	ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Методы отбора проб
СТБ 1057-98 Радиационный контроль. Отбор проб поверхностных и сточных вод. Общие требования	ГОСТ Р 53415-2009 Вода. Отбор проб для микробиологического анализа
ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика выполнения измерений.	ГОСТ 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений
ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия	ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия	ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия	ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия	ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия	ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия	ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия	ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования	ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры	ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб	ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб
ГН 2.6.1.8-127-2000 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-2000)»	СП 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)»
СанПиН 2.6.1.8-8-2002 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСП-2002)»	СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010»

Приложение Б
(обязательное)
Оценка погрешностей измерений

Б.1 Результирующая погрешность измерений ОА (УА) радионуклидов для гамма-бета-спектрометра **МКС-АТ1315** образуется из составляющих, представленных в **таблице Б.1, для EL 1309 – в таблице Б.2.** Эти составляющие включают в себя случайную и неисключенные систематические погрешности.

Таблица Б.1 – Случайная и неисключенные систематические погрешности гамма-бета-спектрометра **МКС-АТ1315**

Составляющие погрешности результатов измерения ОА (УА) радионуклидов	Обозначение и величина погрешности	Нормативно-технический документ, в котором нормирована погрешность
1	2	3
1 Неисключенные систематические погрешности:		
- относительная основная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315	$\theta_1 = \pm 20$ %	РЭ на гамма-бета-спектрометр **МКС-АТ1315**
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении температуры окружающего воздуха от 10 до 35 °С	$\theta_2 = \pm 5$ %	То же
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении относительной влажности до 75 % при температуре 30 °С;	$\theta_3 = \pm 5$ %	“
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении напряжения сетевого питания на (+10; -15%) от номинального значения;	$\theta_4 = \pm 5$ %	“
- относительная дополнительная погрешность гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 при изменении напряженности магнитного поля до 40 А/м;	$\theta_5 = \pm 5$ %	“
- относительная погрешность измерения массы (объема) пробы	$\theta_6 = \pm 2$ %	Настоящая методика
- относительная погрешность измерения массы (объема) счетного образца, полученного при концентрировании пробы;	$\theta_7 = \pm 2$ %	То же
- относительная погрешность измерения массы фильтрующего материала ФИБАН-К-1;	$\theta_8 = \pm 2$ %	“
- относительная погрешность коэффициента извлечения ^{90}Sr из молока на фильтрующий материал ФИБАН-К-1;	$\theta_9 = \pm 20$ %	МОПр.МН 2-98 «Методика подготовки проб цельного молока для определения содержания стронция-90»

Продолжение таблицы Б.1

1	2	3
- относительная погрешность коэффициента сорбции ^{90}Sr из питьевой воды на фильтрующий материал ФИБАН-К-1	$\theta_{10} = \pm 6$ %	МВИ.МН 743-98 «Методика отбора проб питьевой воды и первичной их подготовки посредством концентрирования радионуклида ^{90}Sr на волокнистом катионите ФИБАН-К-1»
2 Относительная случайная (статистическая) погрешность результата однократного измерения ОА (УА) радионуклидов при доверительной вероятности 0,95	ε, % (*)	Индицируется для каждого радионуклида на мониторе персонального компьютера в ходе выполнения измерений. Автоматически вычисляется на основе метода максимального правдоподобия в соответствии с МВИ.МН 656 -98 «Методика выполнения измерений содержания бета-излучающих радионуклидов в пробах окружающей среды на сцинтилляционных бета-спектрометрах»
(*) Величина случайной (статистической) погрешности уменьшается с увеличением текущего времени экспозиции пробы (счетного образца) и обычно не превышает 20-40 % для однократного трехчасового измерения ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 2 до 10 Бк/л (Бк/кг) и ^{90}Sr в диапазоне от 20 до 40 Бк/л (Бк/кг).		

Таблица Б.2 Случайная и неисключенные систематические погрешности гамма-спектрометра **EL 1309**

Составляющие погрешности результатов измерения ОА (УА) радионуклидов	Обозначение и величина погрешности	Нормативно-технический документ, в котором нормирована погрешность
1	2	3
1 Неисключенные систематические погрешности:		
- относительная основная погрешность гамма-спектрометра EL 1309;	$\theta_1 = \pm 30$ %	Паспорт (ПС) на гамма-спектрометр EL 1309
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении температуры окружающего воздуха от 10 до 35 °С;	$\theta_2 = \pm 10$ %	То же
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении относительной влажности до 75 % при температуре 30 °С;	$\theta_3 = \pm 10$ %	"

Продолжение таблицы Б.2

1	2	3
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении напряжения сетевого питания на (+10; -15 %) от номинального значения;	$\theta_4 = \pm 10$ %	Паспорт (ПС) на гамма-спектрометр EL 1309
- относительная дополнительная погрешность гамма-спектрометра EL 1309 при изменении напряженности магнитного поля до 40 А/м;	$\theta_5 = \pm 25$ %	То же
- относительная погрешность измерения массы (объема) пробы	$\theta_6 = \pm 2$ %	Настоящая методика
2 Относительная случайная (статистическая) погрешность результата однократного измерения ОА (УА) радионуклидов при доверительной вероятности 0,95	ε, %	Индицируется на экране монитора персонального компьютера в ходе выполнения измерений. Величина случайной (статистической) погрешности уменьшается с увеличением текущего времени экспозиции пробы (счетного образца) и обычно не превышает 20 – 40 % для однократного трехчасового измерения ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 4 до 10 Бк/л (Бк/кг).

Б.2 В соответствии с МИ 1552-86 "Методические указания. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые однократные. Оценивание погрешностей результатов измерений" доверительные границы погрешности результата измерений ОА (УА) j-ого радионуклида оценивают по формуле:

$$\Delta(\mathrm{A}) = \mathrm{K}_{0,95}[\theta(\mathrm{A}) + \varepsilon(\mathrm{A})], \qquad (\text{Б.1})$$

где $\theta(\mathrm{A})$ - доверительная граница неисключенной систематической погрешности результата измерения A_j при доверительной вероятности 0,95;

$\varepsilon(\mathrm{A})$ - доверительная граница случайной (статистической) погрешности результата однократного измерения A_j при доверительной вероятности 0,95.

При наличии нескольких неисключенных систематических погрешностей значение $\theta(\mathrm{A})$ вычисляют по формуле:

$$\theta(\mathrm{A}) = 1{,}1 \cdot \sqrt{\sum \theta_i^2}\,, \qquad (\text{Б.2})$$

где θ_i - неисключенные составляющие погрешности результата измерения, приведенные в таблице Б.1 для МКС-АТ1315 (таблица Б.2 для EL 1309).

Примечание - Если неисключенная систематическая погрешность имеет место только у одной из составляющих θ_i, то неисключенную систематическую погрешность результата определяют границами этой погрешности, т.е. $\theta(\text{А}) = \theta_i$.

Значения коэффициентов $K_{0,95}$ для доверительной вероятности 0,95 в зависимости от отношения $\theta(\text{А})/S(\text{А})$, где $S(\text{А}) = \varepsilon(\text{А})/2$ - среднее квадратическое отклонение результата однократного измерения A_j, приведены в **таблице Б.3**.

Таблица Б.3

$\theta(\text{А})/S(\text{А})$	0,8	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0	8,0
$K_{0,95}$	0,76	0,74	0,71	0,73	0,76	0,78	0,79	0,80	0,81

Б.3 Если $\theta(\text{А})/S(\text{А}) < 0,8$, то неисключенной систематической погрешностью пренебрегают и принимают в качестве погрешности результата измерений доверительную границу случайной (статистической) погрешности $\varepsilon(\text{А})$.

Б.4 $\theta(\text{А})/S(\text{А}) > 8,0$, то случайной (статистической) погрешностью пренебрегают и принимают в качестве погрешности результата измерений доверительную границу неисключенной систематической погрешности $\theta(\text{А})$.

Б.5 Если $0,8 \le \theta(\text{А})/S(\text{А}) \le 8,0$, то доверительную границу погрешности результата измерений вычисляют по формуле (Б.1).

Б.6 Пример оценки погрешностей результатов измерений ОА (УА) радионуклида на **EL 1309**

По результатам однократного измерения при температуре +30 °С, влажности 70 % «сырой» пробы некоторого объекта получены следующие данные:

УА ^{137}Cs $A_{изм}$ = 152,4 Бк/кг при статистической погрешности $\varepsilon(\text{А})$ = 17,8 %.

Доверительная граница неисключенной систематической погрешности результата измерения при доверительной вероятности 0,95 с учетом рекомендации 11.2 (температура не соответствует нормальным условиям (7.2)) и примечания Б.2:

$$\theta(\text{А}) = 1,1 \cdot \sqrt{\theta_1^2 + \theta_2^2} = 1,1 \cdot \sqrt{30^2 + 10^2} = 34,8\ \%.$$

Вычисляют отношения $\theta(\text{А})/S(\text{А})$, учитывая, что $S(\text{А}) = \varepsilon(\text{А})/2$, где $\varepsilon(\text{А})$ - статистическая погрешность, полученные для радионуклидов по результатам измерений:

$$\theta(\text{А})/S(\text{А}) = 2 \cdot \theta(\text{А})/\varepsilon(\text{А}) = 2 \cdot 34,8/17,8 = 3,9$$

Отношение $\theta(\text{А})/S(\text{А})$ лежит в диапазоне $0,8 < 3,9 < 8$, поэтому согласно Б.5 доверительные границы погрешности результата измерения УА ^{137}Cs оценивают по формуле (Б.1) с учетом таблицы Б.3:

$$\Delta(\text{А}) = K_{0,95}[\theta(\text{А}) + \varepsilon(\text{А})] = 0,76 \cdot [34,8 + 17,8] = 40,0\ \%$$

Доверительную границу абсолютной погрешности результата измерения УА ^{137}Cs вычисляют по формуле:

$$\Delta = A_{изм} \cdot \Delta(\text{А})/100 = 152,4 \cdot 40,0/100 = 61,0\ \text{Бк/кг}$$

Окончательно результаты измерения УА радионуклидов в «сырой» пробе записывают в виде:

$$A_{изм} = (152,4 \pm 61,0)\ \text{Бк/кг}.$$

Приложение В

(обязательное)

Подготовка проб питьевой воды для определения содержания ^{90}Sr

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания до 500 г, с погрешностью не более ± 2 %;
- секундомер;
- шкаф сушильный с терморегулятором от 40 °С до 150 °С с погрешностью не более ± 5 °С;
- катионит ФИБАН-К-1 по ТУ 88-198-91;
- цилиндр мерный стеклянный вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;
- воронка делительная по ГОСТ 25336-82;
- керн стеклянный с прямым отводом по ГОСТ 25336-82;
- штатив лабораторный ТУ 64-1-707-80;
- шланг резиновый диаметром 8-10 мм;
- груша резиновая;
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-76;
- бумага универсальная индикаторная по ТУ 6-09-118176;
- зажим металлический;
- кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч., 1 моль/л;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Допускается применять аппаратуру, вспомогательные устройства, материалы и реактивы с характеристиками не хуже указанных.

Подготовку проб питьевой воды проводят посредством концентрирования радионуклида ^{90}Sr на волокнистом катионите ФИБАН-К-1. Коэффициент сорбции ^{90}Sr - 0,90 ± 0,05.

В.1 Подготавливают исследуемую воду объемом (20,0 ± 0,2) л.

В.2 Делительную воронку с нижним выпускным краном и керном с прямым отводом промывают раствором соляной кислоты (1 моль/л), дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге и сушат в сушильном шкафу при 120 °С в течение 1 ч.

В.3 Подготовленную делительную воронку вместимостью 100 мл заполняют волокнистым катионитом ФИБАН-К-1 массой (10,0 ± 0,2) г и укрепляют в лабораторном штативе.

В.4 К нижнему крану делительной воронки присоединяют резиновый шланг диаметром 8-10 мм и длиной 50-70 см, второй конец которого опускают в приемный сосуд вместимостью не менее 20 л. При закрытом нижнем кране делительную воронку с катионитом заполняют исследуемой водой и выдерживают 10 мин.

В.5 К керну с прямым отводом присоединяют снабженный зажимом резиновый шланг диаметром 8-10 мм и длиной 2 м, второй конец которого опускают в сосуд с исследуемой водой, расположенный на 1-1,5 м выше делительной воронки с катионитом. При открытом зажиме шланг заполняют исследуемой водой с помощью резиновой груши, затем зажим закрывают и керн вставляют в делительную воронку.

В.6 Открывают зажим, затем нижний кран и пробу воды пропускают через делительную воронку с катионитом. Скорость протекания воды определяют по времени заполнения мерного цилиндра вместимостью 100 $см^3$ и регулируют нижним краном. Время заполнения определяется секундомером. Скорость протекания устанавливают равной (10,0 ± 0,1) л/ч ((166,7 ± 1,7) мл/мин).

В.7 После протекания всей пробы волокнистый катионит извлекают из делительной воронки, размещают его на лист фильтровальной бумаги равномерным слоем в виде диска диаметром 130 мм по форме измерительного плоского сосуда емкостью 0,2 л и сушат при 70 °С в течение 24 ч.

В.8 Высушенный катионит взвешивают и, не нарушая его формы, помещают в полиэтиленовый пакет с толщиной стенок не более 20 мкм и герметизируют с помощью липкой ленты. На изготовленный счетный образец (проба-фильтр) оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:

Определение содержания ^{90}Sr в питьевой воде

Дата _____

Наименование пробы воды _____
(в соответствии с актом отбора пробы)

Сорбент: катионит ФИБАН-К-1

Масса исходного сорбента, г _____

Объем пробы воды, л _____

Скорость пропускания воды, л/ч _____

Масса высушенного сорбента (проба-фильтр), г _____

Должность, ФИО лиц, проводивших концентрирование ^{90}Sr _____

_____

Приложение Г
(обязательное)
Подготовка проб цельного молока для определения содержания ^{90}Sr

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания до 500 г, с погрешностью не более ±2 %;
- секундомер;
- плитка электрическая;
- шкаф сушильный с терморегулятором от 40 до 150 °С с погрешностью не более ±5 °С;
- ареометры общего назначения по ГОСТ 18481-81;
- катионит ФИБАН-К-1 по ТУ 88-198-91;
- штатив лабораторный ТУ 64-1-707-80;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74:
- цилиндры мерные вместимостью 100 $см^3$ и 1000 $см^3$;
- колба мерная вместимостью 1000 $см^3$;
- стеклянная палочка;
- посуда стеклянная термостойкая по ГОСТ 25336-82:
- стакан вместимостью 2000 $см^3$;
- воронка делительная вместимостью 100 $см^3$;
- воронка лабораторная диаметром 15 см;
- керн стеклянный с прямым отводом по ГОСТ 25336-82;
- кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- гидроокись натрия по ГОСТ 4328-77, х.ч.;
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-76;
- бумага универсальная индикаторная по ТУ 6-09-118176;
- марля медицинская;
- шланг резиновый диаметром 8-10 мм;
- груша резиновая;
- зажим металлический.

Допускается применять аппаратуру, вспомогательные устройства, материалы и реактивы с характеристиками не хуже указанных.

Подготовку проб цельного молока проводят путем последовательных щелочной и кислотной обработок с последующим концентрированием из образующейся сыворотки ^{90}Sr на волокнистом катионите ФИБАН-К-1. Коэффициент извлечения ^{90}Sr из молока на фильтр 0,5 ± 0,1 при P=0,95.

Г.1 Щелочно-кислотная обработка цельного молока

Г.1.1 Приготовление рабочих растворов

2 н раствор гидроокиси натрия: 80 г гидроокиси натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Колбу заполняют дистиллированной водой примерно наполовину. После растворения всего вещества колбу заполняют водой до метки.

Плотность раствора соляной кислоты контролируют с помощью ареометра общего назначения. Плотность должна быть (1,185 ± 0,010) г/$см^3$ (20 °С).

Г.1.2 Пробу молока объемом (3000 ± 30) $см^3$ делят на три равные части. В термостойкий стакан вместимостью 2000 $см^3$ помещают 1000 $см^3$ молока и при перемешивании добавляют 50 $см^3$ 2 н раствора гидроокиси натрия. pH смеси должен находиться в интервале от 10 до 12. Если pH меньше 10, добавляют дополнительное количество раствора гидроокиси натрия, но не более 80 $см^3$ в сумме. Содержимое стакана доводят до кипения на электрической плитке. Стакан снимают с плитки и к содержимому при

перемешивании добавляют 15 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. pH смеси должен быть не более 2. Суммарный объем кислоты не должен превышать 30 $см^3$. pH измеряют с помощью универсальной индикаторной бумаги. Отмеривание указанных жидкостей проводят с помощью мерных цилиндров. Для перемешивания используют стеклянную палочку. После охлаждения смеси выпавший осадок отделяют от сыворотки фильтрованием через два слоя медицинской марли, помещенной в лабораторную воронку. Аналогичным образом обрабатывают остальные части пробы молока. Все порции полученной сыворотки объединяют.

Г.2 Концентрирование ^{90}Sr из молочной сыворотки на волокнистом катионите ФИБАН-К-1

Г.2.1 Делительную воронку с нижним выпускным краном и керном с прямым отводом промывают раствором соляной кислоты (1 моль/л), дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге и сушат в сушильном шкафу при 120 °С в течение 1 ч.

Г.2.2 Подготовленную делительную воронку вместимостью 100 $см^3$ заполняют волокнистым катионитом ФИБАН-К-1 массой (10,0 ± 0,2) г и укрепляют в лабораторном штативе.

Г.2.3 К нижнему крану делительной воронки присоединяют резиновый шланг диаметром 8-10 мм и длиной 50-70 см, второй конец которого опускают в приемный сосуд объемом не менее объема пробы исследуемой сыворотки. При закрытом нижнем кране делительную воронку с катионитом заполняют исследуемой сывороткой и выдерживают 10 мин.

Г.2.4 К керну с прямым отводом присоединяют снабженный зажимом резиновый шланг диаметром 8-10 мм и длиной 2 м, второй конец которого опускают в сосуд с исследуемой сывороткой, расположенный на 1-1,5 м выше делительной воронки с катионитом. При открытом зажиме шланг заполняют исследуемой сывороткой с помощью резиновой груши, затем зажим закрывают и керн вставляют в делительную воронку.

Г.2.5 Открывают зажим, затем нижний кран и пробу сыворотки пропускают через делительную воронку с катионитом. Скорость протекания сыворотки определяют по времени заполнения мерного цилиндра вместимостью 100 $см^3$ и регулируют нижним краном. Время заполнения определяют секундомером. Скорость протекания устанавливают равной (1,1 ± 0,1) л/ч ((18,3 ± 0,2) мл/мин).

Г.2.6 После протекания всей пробы волокнистый катионит извлекают из делительной воронки, размещают его на лист фильтровальной бумаги равномерным слоем в виде диска диаметром 130 мм по форме измерительного плоского сосуда емкостью 0,2 л и сушат при 70 °С в течение 24 ч.

Г.2.7 Высушенный катионит взвешивают и, не нарушая его формы, помещают в полиэтиленовый пакет с толщиной стенок не более 20 мкм и герметизируют с помощью липкой ленты. На изготовленный счетный образец (проба-фильтр) оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:

Определение содержания ^{90}Sr в цельном молоке

Дата _____

Наименование пробы молока _____
(в соответствии с актом отбора пробы)

Сорбент: катионит ФИБАН-К-1

Масса исходного сорбента, г _____

Объем пробы молока, л _____

Масса высушенного сорбента (проба-фильтр), г _____

Скорость пропускания молока, л/ч _____

Должность, ФИО лиц, проводивших концентрирование ^{90}Sr _____

Приложение Д

(обязательное)

Подготовка проб хлеба и хлебопродуктов для определения содержания ^{90}Sr

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы:

- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания до 3000 г, с погрешностью не более ±2 %;
- электропечь муфельная с терморегулятором до 1000 °С типа СНОЛ-1,6.2,0.08/9-М1;
- шкаф сушильный с терморегулятором от 40 до 150 °С с погрешность не более ±5 °С;
- плитка электрическая;
- песчаная баня;
- цилиндр мерный стеклянный вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;
- посуда фарфоровая по ГОСТ 9147-80:
- чашки выпарительные фарфоровые диаметром до 265 мм или металлическая посуда вместимостью до 3000 $см^3$;
- тигли диаметром до 55 мм;
- шпатель фарфоровый;
- ступка диаметром 10 или 15 см с пестиком.

Допускается применять аппаратуру, вспомогательные устройства, материалы с характеристиками не хуже указанных.

Подготовку проб хлеба и хлебопродуктов для определения содержания ^{90}Sr проводят методом частичной минерализации.

Д.1 Пробу хлеба и хлебопродуктов массой (2000 ± 10) г разрезают или дробят на фрагменты размером не более 1 см.

Д.2 Измельченную пробу помещают в выпарительные чашки или металлическую посуду вместимостью до 3000 $см^3$ и высушивают в сушильном шкафу при (145 ± 5) °С в течение 3 ч.

Д.3 Высушенную пробу в чашках или металлической посуде помещают в песчаную баню и производят обугливание в течение 3 ч при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем.

Д.4 По окончании обугливания полученную пробу измельчают в ступке, измеряют ее объем с помощью мерного цилиндра. Если объем пробы превышает 250 $см^3$, последнюю переносят в фарфоровые тигли и проводят частичное озоление в муфельной печи при 550-600 °С до достижения пробой объема 200-250 $см^3$.

Д.5 Подготовленную пробу взвешивают, помещают в полиэтиленовый пакет и герметизируют с помощью липкой ленты. Оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:

Определение содержания ^{90}Sr в _____
тип хлебопродукта

Дата _____

Наименование пробы _____
(в соответствии с актом отбора пробы)

Масса исходной пробы, г _____

Условия подготовки _____
(температура, время)

Масса полученного концентрата, г _____

Объем полученного концентрата, $см^3$ _____

Должность, ФИО лиц, проводивших подготовку пробы _____

Приложение Е
(обязательное)
Подготовка проб картофеля для определения содержания ^{90}Sr

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы:

- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания до 3000 г, с погрешностью не более ±2 %;
- электропечь муфельная с терморегулятором до 1000 °С типа СНОЛ-1,6.2,0.08/9-М1;
- шкаф сушильный с терморегулятором от 40 до 150 °С с погрешность не более ±5 °С;
- плитка электрическая;
- песчаная баня;
- цилиндр мерный стеклянный по ГОСТ 1770-74 вместимостью 500 $см^3$;
- посуда фарфоровая по ГОСТ 9147-80:
- чашки выпарительные фарфоровые диаметром до 265 мм или металлическая посуда вместимостью до 3000 $см^3$;
- тигли диаметром до 55 мм;
- шпатель фарфоровый;
- ступка диаметром 10 или 15 см с пестиком.

Допускается применять аппаратуру, вспомогательные устройства, материалы с характеристиками не хуже указанных.

Подготовку проб картофеля массой (2000 ± 10) г для определения содержания ^{90}Sr проводят методом частичной минерализации.

Е.1 Пробу картофеля нарезают на фрагменты с размером не более 1 см, помещают в выпарительные чашки или металлическую посуду вместимостью до 3000 $см^3$ и высушивают в сушильном шкафу при (145 ± 5) °С в течение 3 ч.

Е.2 Высушенную пробу в чашках или металлической посуде помещают в песчаную баню и производят обугливание в течение 3 ч при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем.

Е.3 По окончании обугливания полученную пробу измельчают в ступке и измеряют объем ее с помощью мерного цилиндра. Если объем пробы превышает 250 $см^3$, ее переносят в фарфоровые тигли и проводят частичное озоление в муфельной печи при 550-600 °С до достижения пробой объема 200-250 $см^3$.

Е.4 Подготовленную пробу взвешивают, помещают в полиэтиленовый пакет и герметизируют с помощью липкой ленты. Оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:

Определение содержания ^{90}Sr в картофеле

Дата _____

Наименование пробы _____
(в соответствии с актом отбора пробы)

Масса исходной пробы, г _____

Условия подготовки _____
(температура, время)

Масса полученного концентрата, г _____

Объем полученного концентрата, $см^3$ _____

Должность, ФИО лиц, проводивших подготовку пробы _____

_____

Приложение Ж
(обязательное)
Подготовка проб специализированного детского питания для определения содержания ^{90}Sr

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы:

- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с наибольшим пределом взвешивания до 3000 г, с погрешностью не более ±2 %;
- электропечь муфельная с терморегулятором до 1000 °С типа СНОЛ-1,6.2,0.08/9-М1;
- шкаф сушильный с терморегулятором от 40 до 150 °С с погрешность не более ±5 °С;
- лампа инфракрасная ДРЛ-250;
- плитка электрическая;
- водяная баня;
- песчаная баня;
- цилиндр мерный стеклянный по ГОСТ 1770-74 вместимостью 500 $см^3$;
- посуда фарфоровая по ГОСТ 9147-80:
- чашки выпарительные фарфоровые диаметром до 265 мм или металлическая посуда вместимостью до 3000 $см^3$;
- тигли диаметром до 55 мм;
- шпатель фарфоровый.

Допускается применять аппаратуру, вспомогательные устройства, материалы с характеристиками не хуже указанных.

Подготовку проб специализированного детского питания массой (2000 ± 10) г для определения содержания ^{90}Sr проводят методом частичной минерализации.

Ж.1 По способу частичной минерализации специализированное детское питание в зависимости от влажности подразделяется на:

- питание с низким содержанием воды (сухие молочные смеси, каши и т.д.);
- питание со средним содержанием воды (растительные и мясные консервы и т.д.);
- питание с высоким содержанием воды (соки, готовые молочные смеси и т.д.).

Ж.2 Подготовка проб специализированного детского питания с низким содержанием воды

Ж.2.1 Пробу продукта помещают в выпарительные чашки или металлическую посуду вместимостью до 3000 $см^3$ и обугливают на песчаной бане в течение 3 ч при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем.

Ж.2.2 По окончании обугливания измеряют объем полученной пробы с помощью мерного цилиндра. Если объем пробы превышает 250 $см^3$, последнюю переносят в фарфоровые тигли и проводят частичное озоление в муфельной печи при 550-600 °С до достижения пробой объема 200-250 $см^3$.

Ж.3 Подготовка проб специализированного детского питания со средним содержанием воды

Ж.3.1 Пробу продукта равномерно распределяют слоем не толще 1 см на листе полимерного материала и подсушивают в течение 24 ч при комнатной температуре.

Ж.3.2 После подсушивания пробу измельчают на фрагменты размером не более 1 см, помещают в выпарительные чашки или металлическая посуда и высушивают в сушильном шкафу при (145 ± 5) °С в течение 3 ч.

Ж.3.3 Высушенную пробу в чашках или металлической посуде помещают в песчаную баню и обугливают в течение 3 ч при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем.

Ж.3.4 По окончании обугливания пробу измельчают и измеряют ее объем с помощью мерного цилиндра. Если объем пробы превышает 250 $см^3$, последнюю переносят в фарфоровые тигли и проводят частичное озоление в муфельной печи при 550-600 °С до достижения пробой объема 200-250 $см^3$.

Ж.4 Подготовка проб специализированного детского питания с высоким содержанием воды

Ж.4.1 Пробу продукта упаривают в выпарительных чашках на водяной бане или с помощью инфракрасной лампы или с тем и другим одновременно, при постепенном добавлении пробы, до достижения пробой объема 200 $см^3$.

Ж.4.2 Если проба полностью упаривается, а ее объем превышает 250 $см^3$, остаток в чашках или кастрюлях помещают в песчаную баню и обугливают при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем до достижения пробой объема 200-250 $см^3$.

Ж.4.3 Подготовленные указанными способами пробы продуктов детского питания взвешивают, помещают в полиэтиленовый пакет и герметизируют с помощью липкой ленты. Оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:

Определение содержания ^{90}Sr в _____
тип детского питания

Дата _____

Наименование пробы _____
(в соответствии с актом отбора пробы)

Масса исходной пробы, г _____

Условия подготовки _____
(температура, время)

Масса полученного концентрата, г _____

Объем полученного концентрата, $см^3$ _____

Должность, ФИО лиц, проводивших подготовку пробы _____

_____

Приложение И
(обязательное)

Подготовка проб к измерениям ОА (УА) ^{90}Sr в геометрии плоского сосуда 0,03 л

И.1 Первичная подготовка проб пищевых продуктов заключается в обычной обработке, осуществляемой на начальном этапе приготовления пищи (9.3.2).
Основное требование при подготовке проб - это отсутствие внешних загрязнений и наличие 250-1500 г "сырой" массы пробы достаточной для получения 15-30 г концентрированного счетного образца, необходимого для заполнения измерительного сосуда объемом 0,03 л.
Минимальное значение массы исходной "сырой" продукции $M_П$ в граммах должно удовлетворять условию:

$$M_П > 4500 \cdot A_{min}/H,$$

где $A_{min} = 0,6$ Бк – минимальная измеряемая активность радионуклида ^{90}Sr;
H – допустимое содержание радионуклидов ^{90}Sr в продукции в соответствии с радиационно-гигиеническими нормативами, Бк/кг.

И.2 Следующим этапом предварительной подготовки проб является измельчение твердой продукции (клубни, корнеплоды, хлеб и хлебобулочные изделия и т.п.) на фрагменты размерами менее 1 см. Измельчение проводят с помощью ножа, терки и т.д.

И.3 Подготовленные и взвешенные с погрешностью не более ± 2 % пробы подвергают процедуре термического концентрирования, которая состоит из трех последовательных этапов - высушивания (выпаривания), обугливания и озоления. На каждом этапе коэффициент концентрирования увеличивается. Коэффициент концентрирования представляет собой отношение исходной массы "сырой" пробы $M_П$, израсходованной без остатка на изготовление концентрата, к массе $m_к$ полученного концентрата (зольного остатка).
Рекомендуемые значения коэффициентов концентрирования приведены для некоторых видов продукции в таблице И.1

Таблица И.1

Наименование продукции	Коэффициент концентрирования, не менее
Специализированные продукты детского питания в готовом для употребления виде	70
Хлеб и хлебобулочные изделия	35
Картофель	35
Зерно (на пищевые цели)	17
Зерно (на детское питание)	35
Прочие пищевые продукты	20

И.4 Измельченную пробу твердой продукции помещают в выпарительные чашки или металлическую посуду и высушивают в сушильном шкафу при температуре (145 ± 5) °С до постоянной массы.

И.5 Для обезвоживания жидких проб последние выпаривают, постепенно добавляя очередные порции пробы, в выпарительных чашках или кастрюлях на водяной бане или с помощью инфракрасной лампы, или с тем и другим одновременно. Обезвоживание заканчивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С до получения постоянной массы сухого остатка.

И.6 После установления постоянной массы сухие остатки проб обугливают путем прокаливания на электроплитках или песчаных банях в вытяжном шкафу при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем. Во избежание потери радионуклидов не допускается воспламенение проб. Для интенсификации процесса обугливания допускается одновременно проводить обогрев чашки с пробой инфракрасной лампой. Процесс обугливания считают законченным при прекращении вспучивания пробы и исчезновении дыма.

И.7 Обугленные сухие остатки проб озоляют в муфельных печах. При озолении в фарфоровых тиглях зернобобовых, картофеля, корнеплодов и других проб с высоким содержанием калия во избежание сплавления вещества пробы с фарфоровыми тиглями температура не должна превышать 400 °С. Остальные пробы озоляют при температуре 550-600 °С. Для сохранности фарфоровых тиглей в процессе озоления температуру в муфельной печи повышают постепенно, а охлаждение тиглей осуществляют путем естественного остывания в выключенной печи с закрытой заслонкой.

И.8 Процедуру термического концентрирования не обязательно доводить до полного озоления в муфельной печи. Концентрирование пробы может быть остановлено на этапе обугливания или частичного озоления при достижении значений коэффициентов концентрирования, приведенных в таблице Ж.1.

И.9 После окончания концентрирования остывший до комнатной температуры сухой остаток растирают в фарфоровой ступке и взвешивают с погрешностью не более ± 2 % для определения коэффициента концентрирования. Подготовленную концентрированную пробу помещают в полиэтиленовый пакет и герметизируют с помощью липкой ленты. Оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:

Дата _____

Наименование продукции _____
(в соответствии с актом отбора пробы)

Исходная масса пробы, $M_П$, г _____

Условия подготовки _____
(температура, время)

Масса полученного концентрата m_k, г _____

Коэффициент концентрирования ($M_П$/ m_k) _____

Должность, ФИО лиц, проводивших подготовку пробы _____

И.10 Непосредственно перед измерением УА радионуклидов в пробе определяют массу счетного образца с погрешностью не более ± 2 %, для чего взвешивают сосуд до и после его заполнения, а затем из второго результата вычитают первый. Массу счетного образца в граммах задают, как параметр измерения, в соответствии с разделом 5 РЭ (5.6.1).

И.11 Измерительный сосуд заполняют равномерно по всей поверхности подготовленным концентратом. Заполнение проводят с избытком и с последующим уплотнением вещества счетного образца для обеспечения максимальной насыпной плотности. Уплотнение вещества концентрата осуществляют с помощью специального приспособления (уплотнителя), входящего в комплект поставки гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315. Заполнение измерительного сосуда осуществляют до специальной отметки, расположенной на боковой внутренней поверхности сосуда.

Приложение К

(обязательное)

Форма журнала регистрации контроля качества измерений

Таблица К.1 Контрольная карта данных для цезия-137 (сосуд Маринелли 1,0 л)

Дата	A_1, Бк/кг	A_2, Бк/кг	A_3, Бк/кг	$A_{ср}$, Бк/кг	w, Бк/кг	s_r, Бк/кг	r, Бк/кг	$CR_{0,95}(3)$ Бк/кг	μ, Бк/кг	$\lvert A_{ср}-\mu \rvert$, Бк/кг	CD Бк/кг	Комментарий
17.04.07	21,5	22,1		21,8	0,6	1,41	3,9		24,0	2,2	3,8	
15.05.07	25,3	20,6		22,9	4,7	1,41	3,9		24,0	1,1	3,8	$w > r$
	25,3	20,6	22,6	22,8	2,7	1,41		4,7	24,0	1,2	3,8	$w < r$, третье измерение удовлетворительно

Лист регистрации изменений

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	№ документа	Входящий № сопроводительного докум. и дата	Подп.	Дата
	Измененных	Замененных	Новых	Аннулированных					

gost.e-ecolog.ru