ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 10703-2010

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Определение объемной активности радионуклидов.
Метод гамма-спектрометрии высокого разрешения

ЯКАСЦЬ ВАДЫ

Вызначэнне аб'ёмнай актыўнасці радыенуклідаў.
Метад гама-спектраметрыі высокага распазнавання

(ISO 10703:2007, IDT)

Издание официальное

БЗ 8-2009

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.399.062:543.429.3.068.7(083.74)(476) МКС **13.060.60;** 17.240 КП 06 IDT

Ключевые слова: качество воды, активность радионуклидов объемная, гамма-спектрометрия, образец водный, образец сравнения стандартный, отбор проб

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 октября 2010 г. № 60

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 10703:2007 Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry (Качество воды. Определение объемной активности радионуклидов. Метод гамма-спектрометрии высокого разрешения).

Международный стандарт разработан техническим комитетом ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2010

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Обозначения и единицы измерения 3
5 Сущность метода 3
6 Стандартные источники 4
7 Реактивы 4
8 Гамма-спектрометрическое оборудование 4
9 Отбор проб 6
10 Порядок работы 6
11 Выражение результатов 9
12 Протокол испытаний 12
Приложение А (справочное) Пример раствора носителей, который может быть добавлен в пробу воды при исследовании сточной воды от атомной станции 13
Приложение В (справочное) Вычисление объемной активности из гамма-спектра линейным вычитанием фона (неискаженный пик) 14
Библиография 16
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам 18

Введение

Настоящий стандарт предназначен для одновременного определения объемной активности нескольких гамма-излучающих радионуклидов в водных образцах с помощью гамма-спектрометрии с использованием особо чистых германиевых детекторов (далее – ОЧГ-детекторы). Гамма-излучающие радионуклиды могут быть природного и искусственного происхождения. Взятые из окружающей среды образцы обычно отличаются широким диапазоном содержащихся в них гамма-излучающих радионуклидов, а гамма-спектрометрия высокого разрешения представляет эффективные аналитические средства для выполнения измерений в окружающей среде.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Определение объемной активности радионуклидов. Метод гамма-спектрометрии высокого разрешения

ЯКАСЦЬ ВАДЫ
Вызначэнне аб'ёмнай актыўнасці радынуклідаў. Метад гама-спектраметрыі высокага распазнавання

Water quality
Determination of the activity concentration of radionuclides Method by high resolution gamma-ray spectrometry

Дата введения 2011-07-01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Лица, применяющие настоящий стандарт, должны знать обычные методы работы лаборатории. Настоящий стандарт не рассматривает все вопросы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь несет всю ответственность за принятие соответствующих мер безопасности и охраны здоровья, а также обеспечение соответствия всем национальным требованиям.

ВНИМАНИЕ! Испытания, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, должны выполняться персоналом, прошедшим соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод одновременного определения объемной активности различных гамма-излучающих радионуклидов с энергией 40 кэВ < E < 2 МэВ в водных образцах при помощи гамма-спектрометров с многоканальными анализаторами, оснащенными германиевыми детекторами с высокой разрешающей способностью.

Примечание – Определение объемной активности радионуклидов с энергией излучения ниже 40 кэВ и выше 2 МэВ также возможно по методу, установленному в настоящем стандарте, при условии, что калибровка измерительной системы и защита адаптированы для этой цели.

Настоящий стандарт включает процедуры калибровки, определения чувствительности измерительной системы в зависимости от энергии излучения, анализа спектров и определения объемной активности различных радионуклидов в изучаемых образцах. Стандарт применяется только к гомогенным образцам. Образцы с активностями в пределах от 1 до 10^4 Бк могут быть измерены напрямую, т. е. без разбавления и концентрирования образца или применения специального (электронного) оборудования.

В зависимости от различных параметров, таких как энергия гамма-излучения, вероятность эмиссии гамма-лучей в результате распада, размер и геометрическая форма образца и детектора, защита (экранирование), время счета, и прочих параметров образцов, ожидаемая активность которых ниже 1 Бк, необходимо концентрировать образец путем упаривания.

Если ожидаемая активность выше чем 10^4 Бк, образец либо разбавляют, либо берут аликвоту образца, либо увеличивают расстояние от источника до детектора, либо вносят поправку на эффекты накопления.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты (документы). Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (документа) (включая все его изменения).

Издание официальное

ISO 5667-1:2006 Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методик отбора проб

ISO 5667-3:2003 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды

ISO 5667-14:1998 Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращение с ними

ISO 80000-10:2009 [1] Величины и единицы. Часть 10. Атомная и ядерная физика

ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

IEC 60973:1989 Процедуры испытаний для германиевых детекторов гамма-излучения

IEC 61151:1992 Приборы радиационно-измерительные. Усилители и предусилители, используемые с детекторами ионизирующего излучения. Методики испытаний

IEC 61452:1995 Приборы радиационно-измерительные. Измерение гамма-лучевого излучения радионуклидов. Калибровка и применение германиевых спектрометров

Руководство по выражению неопределенности измерений (GUM, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины, обозначения и сокращения, установленные в ISO 80000-10, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 чистая проба (blank sample): Измерительный сосуд, идентичный сосуду для измерений пробы воды, заполненный деминерализованной водой, не содержащей радона.

3.2 «мертвое» время (dead time): Интервал времени между двумя последовательными импульсами или ионизирующими событиями, которые распознаются системой определения как отдельные импульсы или события.

3.3 поправка на «мертвое» время (dead time correction): Поправка, которая должна быть применена для учета количества импульсов, которые не были зарегистрированы в течение «мертвого» времени.

3.4 постоянная распада λ; радионуклид на основном энергетическом уровне [decay constant λ (radionuclide in a particular energy state)]: Отношение dP к dt, где dP – вероятность данного ядра подвергнуться спонтанному ядерному переходу с данного энергетического уровня за определенный интервал времени dt:

$$\lambda = \frac{dP}{dt} = -\frac{1}{N}\frac{dN}{dt},$$

где N – количество ядер, существующих в момент времени t.

3.5 эффективность (efficiency): Отношение числа зарегистрированных гамма-квантов к числу гамма-квантов того же типа, испущенных радиоактивным источником за один и тот же интервал времени в установленных условиях определения.

3.6 энергетическое разрешение (energy resolution): Показатель, описывающий минимальную разницу между энергиями двух гамма-излучателей, которая может быть различима оборудованием, используемым в гамма-спектрометрии.

3.7 пик полного поглощения (full energy peak): Пик в спектре, являющийся результатом полного поглощения энергии фотона в чувствительной области детектора в результате фотоэффекта или последовательного фотонного взаимодействия образования электронно-позитронной пары (только для фотона с энергией более 1 022 кэВ) комптоновского рассеяния и фотоэлектрического поглощения.

3.8 гамма-каскад (gamma cascade): Два или более различных по энергии гамма-квантов, испускаемых ядром в результате его последовательного перехода за разрешенное время из одного энергетического состояния в другое.

3.9 гамма-излучение (gamma radiation): Электромагнитное излучение, испускаемое в процессе ядерного перехода или аннигиляции частиц.

3.10 гамма-спектрометрия (gamma-ray spectrometry): Метод измерения гамма-лучей, основанный на получении и измерении энергетического спектра гамма-излучения.

[1] Действует взамен ISO 31-9:1992.

3.11 накопление (pile-up): Обработка с помощью спектрометра импульсов, являющихся результатом одновременного поглощения частиц или фотонов, происходящих из различных распадающихся ядер на детекторе.

Примечание – В результате импульсы рассчитываются как отдельная частица или фотон с индивидуальной энергией либо с суммой этих энергий.

3.12 вероятность перехода (transition probability): Часть ядер, которые распадаются определенным образом.

4 Обозначения и единицы измерения

V – объем измеряемого образца воды, л;

A – активность каждого радионуклида в калибровочном источнике на дату калибровки, Бк;

c_A, $c_{A,c}$ – объемная активность [1] каждого радионуклида без коррекции либо с ней, Бк/л;

t_g – время счета спектра образца, с;

t_0 – время счета спектра фона, с;

t_s – время счета калибровочного источника, с;

$n_{N,E}$, $n_{N0,E}$, $n_{Ns,E}$ – число отсчетов в чистой области пика с энергией E в спектре образца, в фоновом и калибровочном спектре соответственно;

$n_{g,E}$, $n_{g0,E}$, $n_{gs,E}$ – число отсчетов в общей области пика с энергией E в спектре образца, в фоновом и калибровочном спектре соответственно;

$n_{b,E}$, $n_{b0,E,}$ $n_{bs,E}$ – число отсчетов в фоновой области пика с энергией E в спектре образца, в фоновом и калибровочном спектре соответственно;

ε_E – эффективность детектора по энергии E в обычной измерительной геометрической форме;

P_E – вероятность эмиссии (испускания) гамма-лучей с энергией E каждого радионуклида в результате распада;

λ – постоянная распада каждого радионуклида, $с^{-1}$;

$u(c_A)$, $u(c_{A,c})$ – стандартная неопределенность, связанная с результатом измерения, без коррекции (c_A) либо с коррекцией ($c_{A,c}$), Бк/л;

U – расширенная неопределенность, вычисленная по выражению $U = k \cdot u(c_A)$, где k = 1, 2, …, Бк/л;

c_A^*, $c_{A,c}^*$ – порог принятия решения с коррекцией или без нее, Бк/л;

$c_A^\#$, $c_{A,c}^\#$ – предел обнаружения с коррекцией или без нее, Бк/л;

$c_A^\triangleleft$, $c_A^\triangleright$ – нижняя и верхняя границы доверительного интервала, Бк/л.

5 Сущность метода

Гамма-излучение вызывает образование электронно-дырочных пар при взаимодействии с веществом детектора. Когда на полупроводниковый детектор подается напряжение, электронно-дырочные пары, после усиления, детектируются в импульсы тока. Высота импульса связана с поглощенной детектором энергией гамма-кванта или гамма-квантов. Благодаря различию между высотой импульсов получают спектр высот импульсов гамма-лучей. В результате анализа спектра различные пики приписывают радионуклидам, которые испускают соответствующие гамма-лучи, используя ранее полученную калибровку детектора по энергии. Объемную активность радионуклидов в образце вычисляют, используя ранее полученную эффективность детектора в зависимости от энергии.

Все стандартные источники должны быть прослеживаемы к национальным или международным стандартам.

[1] Термин «Объемная активность» аналогичен термину «Концентрация активности».

6 Стандартные источники

6.1 Стандартные источники для калибровки по энергии

Для калибровки по энергии должны использоваться один или несколько стандартных источников, испускающих гамма-кванты с энергией, перекрывающей диапазон энергии, который будет использоваться при измерениях. Рекомендуется использовать стандартные источники с энергиями, близкими к энергиям в исследуемых образцах. Выбирают источники, у которых по меньшей мере 9 одиночных энергетических пиков будут находиться в интересующем диапазоне; для этих целей рекомендуются источники, содержащие долгоживущие радионуклиды (европий-152, америций-241, кобальт-60, цезий-137). Для периодического контроля калибровки по энергии можно использовать меньшее число энергетических пиков.

6.2 Стандартные источники для калибровки по эффективности

Для калибровки по эффективности должны использоваться один или несколько стандартных источников, которые прослеживаемы к национальным или международным эталонам и для которых установлена неопределенность активности. Также могут использоваться мультирадионуклидные источники. Энергия гамма-излучения должна распределяться в пределах анализируемого диапазона энергий, в таком случае эффективность измерительного прибора в зависимости от энергии может быть определена достаточно точно. Для большинства задач точность будет достаточной, если разность эффективности счета между двумя последовательными энергиями будет менее 10 % эффективности счета энергии 120 кэВ при наличии требуемых радионуклидов. Для определения активности радионуклидов с энергией в диапазоне 40 кэВ < E < 100 кэВ эффективность счета должна быть определена с помощью калибровки с отдельными радионуклидами.

Примечание – Для энергии в диапазоне 100 кэВ < E < 2 000 кэВ могут использоваться следующие радионуклиды: марганец-54, кобальт-57, цинк-65, стронций-85, иттрий-88, кадмий-109, олово-113, цезий-137, церий-139. Радионуклиды с каскадными переходами (кобальт-60 и цезий-134) применяют с осторожностью. Так как ртуть является летучей, она не может быть внедрена в твердые образцы, приготовленные способом упаривания.

7 Реактивы

Для проб, которые концентрируют путем упаривания с удержанием йода, должны использоваться следующие реактивы. Используют только реактивы известной аналитической чистоты и воду, соответствующую шкале 3 согласно ISO 3696.

7.1 Кислота азотная концентрированная, c (HNO_3) = 15,8 моль/л, объемная доля 69 % или *w/w* [$\rho(HNO_3)$ = 1,42 г/мл].

7.2 Кислота серная концентрированная, c (H_2SO_4) = 17,9 моль/л, объемная доля 95 % или *w/w* [$\rho(H_2SO_4)$ = 1,84 г/мл].

7.3 Раствор нитрата серебра, c ($AgNO_3$) = 3,2 г/л.

Растворить 3,2 г нитрата серебра в воде, подкисленной 0,1 мл азотной кислоты, и довести общий объем водой до 1 л.

7.4 Раствор йодида калия, c (KI) = 1,3 г/л.

Растворить 1,3 г йодида калия в одном литре воды.

7.5 Сульфит натрия, Na_2SO_3.

7.6 Раствор перекиси водорода, c (H_2O_2) = 0,3 г/л.

7.7 Раствор карбоната натрия, Na_2CO_3, насыщенный при 20 °C.

8 Гамма-спектрометрическое оборудование

Измерительная установка состоит из двух частей: детектора и устройства, которое обрабатывает, хранит и анализирует сигналы, поступающие от детектора. Выходной сигнал с детектора попадает в многоканальный анализатор и буферы (МКА и МКБ), затем он обрабатывается, выводится на экран, запоминается и анализируется микропроцессором при помощи программного обеспечения.

Для электронных частей используют цифровые компоненты (DSP).

Прибор должен состоять из компонентов, приведенных в 8.1 – 8.8.

8.1 Детектор из сверхчистого германия

Характеристики детектора должны соответствовать IEC 60973.

Примечание – Детекторы выпускаются в трех модификациях, каждая из них имеет свои достоинства в зависимости от назначения: планарный, коаксиальный, детектор с колодцем. Например, коаксиальные детекторы обычно используются для образцов большого объема, тогда как детекторы с колодцем более эффективны при малых количествах образца. Более детальная информация по детекторам приведена в [1].

8.2 Источник высокого напряжения

ВНИМАНИЕ – Необходимо принять все меры предосторожности в соответствии с инструкциями производителя.

8.3 Предусилитель

Предусилитель определяет высокую степень качества измерительной системы, так как помехи и энергетическое разрешение зависят от характеристик предусилителя.

Примечание – Обычно предусилитель расположен очень близко к детектору. Охлаждаемый входной каскад (FET) предусилителя уменьшает уровень помех и улучшает энергетическое разрешение.

8.4 Криостат или электрический охладитель для поддержания температуры детектора, близкой к температуре жидкого азота.

Работа при низких температурах необходима для уменьшения тока утечки и электрических помех детектора и предусилителя; рекомендуется устанавливать автоматический выключатель либо тревожный сигнал, который бы включался при повышении температуры либо при потере жидкого азота.

ОЧГ-детекторы могут храниться при комнатной температуре, однако детектор должен охлаждаться при включении напряжения смещения.

8.5 Защита (экранирование)

Детектор должен быть экранирован со всех сторон (включая дно) свинцом либо железом для уменьшения фоновых сигналов, которые возникают от природных радионуклидов. Если измерения проводятся в диапазоне 40 кэВ < E < 100 кэВ, внутренняя обшивка должна содержать три последовательных слоя – кадмия, меди, полиметилметакрилата для снижения фона путем ослабления рентгеновских лучей, образующихся в защите.

Защита важна для уменьшения уровней фона, особенно когда проводятся измерения низких уровней активности. Для этого предпринимают следующие меры:

– используют свинец с низкой активностью;

– не располагают защиту близко к детектору;

– вентиляцию, воздушную фильтрацию, другие материалы системы, а также конструкцию системы подбирают тщательно для уменьшения фоновой радиации.

8.6 Основной усилитель

Усилитель должен иметь линейные характеристики относительно входных и выходных сигналов, возможность формирования импульсов, должен быть оснащен системой корректировки «полюс – ноль» и системой восстановления базовой линии. Соответствие этих характеристических параметров и спецификации производителя должно быть проверено согласно IEC 61151.

Примечание – При высокой скорости счета (более 5 000 $с^{-1}$) может быть полезна схема режекции наложения импульсов.

8.7 Многоканальный анализатор (МКА) или многоканальный буфер (МКБ)

Оптимальное число каналов зависит от энергетического разрешения и от исследуемого диапазона энергий. Для хорошего разрешения в диапазоне энергий от 100 до 2 000 кэВ необходимо от 4 096 до 8 192 каналов (см. [11]).

8.8 Компьютер, периферические устройства и программное обеспечение

Компьютер в комбинации с дополнительными устройствами и программами (см. [1] и [2]) должен:

– считывать информацию от МКА или МКБ;

– воспроизводить эту информацию на дисплее, печатать на принтере или плоттере, иметь возможность ее хранения;

– определять отношение между номером канала и соответствующей энергией по полному диапазону энергий (калибровка по энергии), используя подходящий стандартный источник;

– определять эффективность в зависимости от энергии по полному диапазону энергий (калибровка по эффективности), используя подходящий стандартный источник;

– обнаруживать пики, определять характеристики этих пиков: центроиду, полную ширину пика на полувысоте, число отсчетов в чистой области пика и их неопределенности;

– идентифицировать радионуклиды по энергетическим пикам полного поглощения с использованием источников радионуклидов, например [4] – [7];

– вычислять объемную активность соответствующих радионуклидов по числу отсчетов, времени счета, эффективности счета и данным для стандартных радионуклидов, например [4] – [7];

– вычислять стандартную неопределенность объемной активности идентифицированных радионуклидов;

– вычислять предел обнаружения и порог принятия решения по радионуклидам, которые подвергаются измерению, но не найдены в образце.

Рекомендуется регулярно проверять результаты анализа спектров на компьютере на наличие аномалий либо ошибок. Для проверки работы устройства рекомендуется использовать лабораторные стандартные образцы. Участие в сличениях также помогает поддерживать качество измерений.

Примечание – В случае необходимости вычисления и идентификация могут быть выполнены вручную.

9 Отбор проб

Отбор проб и консервация проб должны быть произведены в соответствии с ISO 5667-1, ISO 5667-3 и ISO 5667-14. Особое внимание уделяется следующему:

– идентификации пробы (место, время, процедура);

– времени, прошедшему с момента отбора пробы до ее измерения;

– однородности пробы: если в пробе находится какой-либо материал, который ведет к неоднородности, то он должен быть отфильтрован, а весь фильтрат должен быть измерен отдельно, если это необходимо;

– для отбора проб воды должны использоваться полиэтиленовые бутылки, которые промывают соляной кислотой концентрацией 1 моль/л, далее выщелачивают разбавленной азотной кислотой и ополаскивают дистиллированной или деионизированной водой;

– в зависимости от количества времени, прошедшего между отбором и измерением (если хранение осуществлялось более нескольких дней), пробу необходимо подкислить азотной кислотой до pH < 2; если есть какой-либо осадок, его необходимо удалить фильтрацией или центрифугированием до подкисления;

– между подкислением и измерениями пробу необходимо транспортировать и (или) хранить в отсутствии света при температуре 1 °C < t < 5 °C.

Если необходимо определить радиоактивный йод, то для подкисления необходимо использовать соляную кислоту вместо азотной кислоты.

Примечание – В некоторых случаях добавляют в пробу раствор носителя. Например, когда необходимо измерить сточную воду с атомной станции, необходимо добавить раствор носителя, описанный в приложении А.

10 Порядок работы

10.1 Подготовка пробы

В настоящем стандарте описано три различных способа подготовки пробы воды. В протоколе испытаний должно быть указано, какой именно способ подготовки пробы был использован.

Выбор метода зависит от требуемого предела обнаружения. Если определяются радионуклиды йода, выбор осуществляется между 10.1.1 и 10.1.3 в зависимости от требуемого предела обнаружения.

10.1.1 Прямое измерение без подготовки пробы

Прямое измерение может быть использовано при необходимости получения результатов измерения незамедлительно, например в таких ситуациях, как мониторинг излучения либо предупреждение несчастных случаев. Проба измеряется напрямую, предпочтительно в сосуде Маринелли. Когда проба воды отфильтрована, осадок на фильтре необходимо измерить отдельно. В протоколе этот метод помечается как «прямое измерение», результаты даются как для жидкой пробы, так и для твердого осадка с учетом их объемов. Массовая концентрация взвеси также должна быть указана.

Примечания

1 Гомогенизацию взвеси пробы можно сделать при помощи добавления гелеобразующего вещества.

2 Для уменьшения объема и концентрации пробы перед прямым измерением может быть выполнено ее частичное упаривание.

10.1.2 Упаривание без удержания йода

Упаривают воду досуха. При необходимости определяют массу остатка и измеряют активность соответствующей массы стандартной формы. В протоколе указывают метод – «упаривание без удержания йода».

10.1.3 Упаривание с удержанием йода

Во время перемешивания образца добавляют 10 мл раствора йодида калия (7.4), 0,1 г сульфита натрия (7.5) и 5 мл концентрированной серной кислоты (7.2) на литр нефильтрованного водного образца. После 5 мин перемешивания добавляют 10 мл раствора нитрата серебра (7.3) и 10 мл раствора перекиси водорода (7.6) на литр. Доводят до 9 pH, используя насыщенный раствор карбоната натрия (7.7).

Упаривают образец досуха, как описано в 10.1.2. В протоколе указывают метод – «упаривание с удержанием йода».

10.2 Калибровка

Калибровка должна проводиться согласно IEC 61452.

10.2.1 Калибровка по энергии

Для проведения калибровки по энергии необходимо установить стандартный образец в спектрометр и настроить усилитель и аналого-цифровой преобразователь (АЦП) так, чтобы первый канал соответствовал энергии от 0 до 30 кэВ и чтобы каждый канал соответствовал 0,5 кэВ, при условии использования 4 096 каналов.

Соотношение между энергией и номером канала всегда носит приблизительно линейный характер. Для анализа спектра необходимо каждому каналу соотносить достаточно точное значение энергии. Например, установка экспериментальных точек при помощи функций полинома, которые выражают отношение каналов и энергий, должна выполняться с точностью 0,1 кэВ или выше.

Обычно эта задача выполняется программным обеспечением при работе со стандартным спектром, запись необходимой информации будет использована для последующих анализов и автоматического конвертирования значений каналов в значения энергии фотонов. При использовании калибровки по энергии может быть определена полная ширина на полувысоте пика как функция энергии гамма-излучения. Эта информация обычно требуется программным обеспечением.

10.2.2 Калибровка по эффективности

На эффективность счета влияют следующие факторы:

– тип детектора и настройки электронного тракта;

– размещение образца по отношению к детектору (телесный угол);

– плотность образца и геометрические параметры измерительного сосуда.

Принимая во внимание эти факторы, эффективность счета должна определяться в тех же условиях, как и в случае измерения образца. Если какой-либо фактор изменяется, то эффективность счета должна быть пересчитана для новых условий. Одинаковые алгоритмы анализа спектра используют как для образцов, так и для калибровочных источников. В зависимости от цели измерения (определение одного либо нескольких радионуклидов) эффективность можно определить двумя различными способами, т. е. как функцию энергии либо как единичную эффективность для одного радионуклида. Единичная эффективность счета используется в случаях, когда целью является определение только одного радионуклида или анализ проводится в диапазоне энергий 40 кэВ < E < 100 кэВ. Единичная эффективность счета используется при измерении специфических радионуклидов либо при каскадных переходах. Единичная эффективность счета может использоваться при поправках на эффект случайного суммирования, например в детекторах с колодцем.

10.2.2.1 Методика

Калибровочный источник готовят из стандартного источника с физическими и химическими свойствами, подобными исследуемому образцу. Например, он может быть получен добавлением объема воды к стандартному раствору и подготовкой калибровочного источника так же, как и образца для измерений.

Устанавливают калибровочный источник в спектрометр и накапливают спектр до тех пор, пока скорость счета пика полного поглощения не будет определена с точностью до 1 %. Для избежания ошибок за счет наложения активность стандартного источника должна быть такой, чтобы реальное время измерений не отличалось от «мертвого» времени более чем на 10 %. Допускается использо-

вать режектор наложения импульсов. Определяют число чистых отсчетов под основными пиками для всех энергий. Используют тот же расчет, что и для измеряемых образцов.

10.2.2.2 Эффективность счета как функция энергии

Определяют эффективность счета по энергии E для всех пиков гамма-спектра, используемых в формуле (1).

Эффективность счета для энергии E рассчитывают по формуле

$$\varepsilon_E = \frac{n_{Ns,E} / t_s}{A \cdot P_E}. \quad (1)$$

Для неискаженного пика с энергией E число отсчетов $n_{Ns,E}$ в зоне пика γ-спектра рассчитывают по формуле

$$n_{Ns,E} = n_{gs,E} - n_{bs,E}. \quad (2)$$

Определение эффективности детектирования в зависимости от энергии производится путем нахождения оптимальной линии или математического выражения, которые устанавливают связь между эффективностью и энергией.

При использовании в калибровочных источниках радионуклидов с несколькими линиями должны быть приняты во внимание эффекты суммирования и эффекты совпадений.

Повторение процедуры для всех измерительных геометрических форм, описанных в 10.2, должно быть регулярным.

10.2.2.3 Эффективность счета отдельного радионуклида

Эффективность каждого отдельного радионуклида i с энергией E определяют по формуле

$$\varepsilon_{i,E} = \frac{n_{Ns,E} / t_s}{A_i \cdot P_E}. \quad (3)$$

Примечание – Некоторые радионуклиды дают более одного пика полного поглощения, что позволяет выполнять их определение с более высокой чувствительностью и точностью.

10.3 Накопление спектра образца

Помещают образец в измерительное устройство, очищают память МКА и накапливают (набирают) спектр. Отмечают время и дату начала измерения. Набор спектра осуществляют за достаточно длительное время для достижения желаемого предела обнаружения для каждого радионуклида.

Детектор, сосуд для измерений или окружающая среда возле детектора могут быть загрязнены или могут содержать радионуклиды природного происхождения. Это может вызвать появление в спектре пиков, не относящихся к образцу. По этой причине необходимо периодически записывать фоновый спектр, используя чистый образец, для чего должны использоваться только чистые измерительные сосуды. Когда необходимо обнаружить за длительное время низкие пределы обнаружения, нужно принимать во внимание пики из фонового спектра.

10.4 Анализ спектра

Детектируют пики, которые находятся в спектре, определяют их энергии и число отсчетов таким же способом, как и при определении эффективности счета. Для каждого пика определяют, к какому радионуклиду он относится, принимая во внимание возможное рентгеновское излучение и наложение.

Необходимо визуально отслеживать связь между пиками, которые были определены программными средствами, так как широкие или двойные пики могут быть определены некорректно либо проигнорированы.

Если время счета число фоновых отсчетов достаточно большое для появления фоновых пиков в спектре, то оно должно быть вычтено из соответствующих пиков измеряемого образца. Если необходимо, производят коррекцию на счетное время измеряемого образца и холостой пробы.

Более полная информация приведена в [11].

11 Выражение результатов

11.1 Вычисление объемной активности

Объемную активность c_A каждого представленного в образце радионуклида рассчитывают из чистого числа отсчетов $n_{N,E}$ в пике индивидуальной γ-линии без какой-либо интерференции по формуле

$$c_A = \frac{n_{N,E} / t_g}{P_E \cdot \varepsilon_E \cdot V \cdot f_E}, \quad (4)$$

где f_E – поправочный коэффициент, учитывающий все необходимые коррекции по формуле

$$f_E = f_d \cdot f_{cl,E} \cdot f_{su,E}, \quad (5)$$

где f_d – коэффициент, учитывающий поправку на распад от даты аттестации;

$f_{cl,E}$ – коэффициент, учитывающий потери при совпадениях;

$f_{su,E}$ – коэффициент, учитывающий эффект накопления при совпадениях.

Для неискаженного пика с энергией E число отсчетов $n_{N,E}$ в чистой области пика γ-спектра рассчитывают по формуле

$$n_{N,E} = n_{g,E} - n_{b,E}. \quad (6)$$

Таким образом, формула (4) может быть выражена как:

$$c_A = \frac{n_{N,E} / t_g}{P_E \cdot \varepsilon_E \cdot V \cdot f_E} = \frac{n_{g,E} - n_{b,E}}{P_E \cdot \varepsilon_E \cdot V \cdot f_E \cdot t_g} = (n_{g,E} - n_{b,E}) \cdot w \cdot t_g \text{ при } w = \frac{1}{P_E \cdot \varepsilon_E \cdot V \cdot f_E}. \quad (7)$$

11.1.1 Поправка на распад

Объемную активность измеряемого радионуклида необходимо скорректировать в зависимости от его периода полураспада с помощью коэффициента f_d. Принимая во внимание радиоактивный распад в процессе измерения и разницу во времени между измерением эталона ($t = 0$) и измерением образца ($t = t_i$), f_d должно вычисляться по формуле

$$f_d^{-1} = e^{\lambda \cdot t_i} \cdot \left[\frac{\lambda \cdot t_g}{1 - e^{-\lambda \cdot t_g}} \right]. \quad (8)$$

11.1.2 Эффекты суммирования или поправка на потери от совпадения

Для радионуклидов с каскадными переходами наблюдаются потери счета из-за эффекта суммирования, главным образом при высокой эффективности счета.

Данные поправки очень важны при измерениях точечных источников, которые находятся близко к поверхности детектора, эти поправки индивидуальны для каждого радионуклида, каждого детектора, измерительной геометрической формы и расстояния от образца до детектора.

Большинство теоретических методов учета эффектов суммирования связаны с использованием теории переноса и метода Монте-Карло (см. [15] – [18]). Исходя из того, что существуют трудности при моделировании различных типов детекторов, для каждой отдельной ситуации могут быть применены несколько экспериментальных методик.

Некоторые из этих методик используют данные из специальной литературы, но в этом случае приводятся широкие пределы возможностей детектора и условий измерений. Прямое измерение, описанное ниже, можно выполнить следующим образом:

a) готовят контрольный источник, содержащий радионуклид с несколькими линиями, для которого должен быть подсчитан поправочный коэффициент для энергии E наряду с другим радионуклидом, излучающим такую же энергию E', но который имеет незначительный эффект суммирования. Измерительная геометрическая форма должна быть подобна той, в которой будут производиться измерения образца;

b) измеряют контрольный источник на далеком расстоянии от детектора. Подсчитывают соотношение отсчетов в чистых областях пиков с энергиями E и E';

c) измеряют данный образец в нормальном положении. Соотношение между отсчетами в чистых областях пиков с энергиями E и E' должно быть близким к вычисленному по перечислению b) соотношению, и тогда могут быть вычислены теоретические отсчеты в чистой области пика $n_{N,E}^T$ с энергией E.

Отношение между теоретическим $n_{N,E}^{T}$ и измеренным $n_{N,E}^{T}$ отсчетами есть суммарная поправка для энергии E радионуклида с несколькими линиями, которая должна быть учтена при калибровке.

Более подробная информация в [8] и [12].

11.2 Стандартная неопределенность

В соответствии с GUM стандартную неопределенность C_A рассчитывают по формуле

$$u(c_A) = \sqrt{(w / t_g)^2 \cdot \left[u^2(n_{g,E}) + u^2(n_{b,E})\right] + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)}, \quad (9)$$

где стандартной неопределенностью счетного времени можно пренебречь и относительную стандартную неопределенность w рассчитывают по формуле

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(P_E) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\varepsilon_E) + u_{rel}^2(f_E). \quad (10)$$

Принимая во внимание расчетную формулу (1), относительную стандартную неопределенность ε_E рассчитывают по формуле

$$u_{rel}^2(\varepsilon_E) = u_{rel}^2(n_{Ns,E}) + u_{rel}^2(A) + u_{rel}^2(P_E) = u_{rel}^2(n_{gs,E} - n_{bs,E}) + u_{rel}^2(A) + u_{rel}^2(P_E), \quad (11)$$

где $u_{rel}(A)$ включает все неопределенности, связанные с калибровочным источником: свидетельство о калибровке, приготовление индикаторного раствора и его добавление.

Для подсчета предельных характеристик согласно ISO 11929 необходимо знать $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$, т. е. объединенную стандартную неопределенность c_A как функцию ее истинного значения. Для истинного значения $\tilde{c}_A$ ожидается $n_{g,E} / t_g = \tilde{c}_A / w + n_{b,E} / t_g$ и тогда при $u^2(n_g) = n_g$ получают:

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \cdot \left[(\tilde{c}_A / w + n_{b,E} / t_g) / t_g + u^2(n_{b,E}) / t_g^2\right] + \tilde{c}_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \quad (12)$$

Примечание – Неопределенности $u(n_N)$, $u(n_g)$ и $u(n_b)$ рассчитывают согласно GUM, принимая во внимание, что индивидуальные отсчеты n_i в канале i в многоканальном спектре являются результатом эффекта Пуассона, отсюда $u^2(n_i) = n_i$. Значения n_N, n_g, и n_b и связанная с ними стандартная неопределенность $u(n_N)$, $u(n_g)$, и $u(n_b)$ могут быть рассчитаны с помощью компьютера. С того времени, как появились различные методы вычитания фона под пиком, расчет количества импульсов в пике нельзя описать одинаковой формулой. Пример простого случая линейного вычитания фона приведен в приложении В. Для расчета порога принятия решения и предела детектирования необходимо знать как минимум n_N и n_b и $u(n_N)$ и $u(n_b)$.

11.3 Порог принятия решения

Согласно ISO 11929 порог принятия решения c_A^* вычисляют по формуле (12) для $\tilde{c}_A = 0$. Это приводит к

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot (w / t_g) \cdot \sqrt{n_{b,E} + u^2(n_{b,E})}, \quad (13)$$

где $\alpha = 0{,}05$, и тогда $k_{1-\alpha} = 1{,}65$ принимают по умолчанию.

11.4 Предел обнаружения

Предел обнаружения $c_A^\#$ рассчитывают по формуле (см. ISO 11929)

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(c_A^*) = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \cdot \left[(c_A^\# / w + n_{b,E} / t_g) / t_g + u^2(n_{b,E}) / t_g^2\right] + c_A^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)}, \quad (14)$$

где $\beta = 0{,}05$, и тогда $k_{1-\beta} = 1{,}65$ принимают по умолчанию.

Предел обнаружения $c_A^\#$ может быть вычислен решением уравнения (14), однако есть более простое решение с помощью повторения стартовой аппроксимации $c_A^\# = 2 \cdot c_A^*$.

Принимая во внимание, что $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ – решение формулы (14) приводит к

$$c_A^\# = \frac{2 \cdot c_A^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \quad (15)$$

11.5 Границы доверительного интервала

Согласно ISO 11929 нижнюю и верхнюю границы доверительного интервала рассчитывают, используя формулы (16) и (17):

$$c_A^{\triangleleft} = c_A - k_p \cdot u(c_A); \quad p = \omega \cdot (1 - \gamma/2), \tag{16}$$

$$c_A^{\triangleright} = c_A + k_q \cdot u(c_A); \quad q = 1 - \omega \cdot \gamma/2, \tag{17}$$

где $\omega = \Phi[y/u(y)]$, так как Ф является функцией нормального стандартного распределения;

$1 - \gamma$ – вероятность доверительного интервала измеряемой величины;

$\omega = 1$, если $c_A \geq 4 \cdot u(c_A)$. В этом случае:

$$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleright} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(c_A), \tag{18}$$

где $\gamma = 0{,}05$, и тогда $k_{1-\gamma/2} = 1{,}96$ принимают по умолчанию.

11.6 Поправки из-за вклада других радионуклидов и фона

В гамма-спектрометрии существует два вида вкладов, которые часто приходится корректировать:

d) гамма-линия определяемого радионуклида может содержать вклад от другого радионуклида, находящегося в образце. Сопутствующий радионуклид (вносящий вклад) имеет другую гамма-линию, которая вносит вклад в определяемую линию, и этот вклад может быть оценен с учетом вероятности эмиссии гамма-линии;

e) на гамма-линию определяемого радионуклида имеет влияние также и фон спектрометра. Путем измерения фонового спектра при помощи чистого образца за время t_0 этот вклад можно скорректировать, принимая во внимание различное время счета двух спектров.

В обоих случаях объемная активность рассчитывается по формуле

$$c_{A,c} = (n_{N,E}/t_g - x \cdot n_{N0,E}/t_0) \cdot w, \tag{19}$$

где x – фактор, значение которого зависит от типа коррекции. Для обоих видов вклада эта модель обеспечивает необходимую коррекцию.

11.6.1 Вклад от других радионуклидов

Корректируемая гамма-линия с энергией E_1 имеет чистую область пика $n_{N,E1}$. Вклад радионуклида вычисляется, используя отношение «вкладывающего» радионуклида в гамма-линию E_1. Формула (19) дает необходимую коррекцию с $x = P_{E1}\varepsilon_1/P_{E2}\varepsilon_2$ и $t_0 = t_g$. Это приводит к:

$$c_{A,c} = (n_{N,E1} - x \cdot n_{N,E2}) \cdot w/t_g. \tag{20}$$

Пренебрегая стандартной неопределенностью x, стандартную неопределенность $c_{A,c}$ вычисляют:

$$u^2(c_{A,c}) = (w/t_g)^2 \{n_{g,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x^2[n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})]\} + c_{A,c}^2 \cdot u_{rel}^2(w), \tag{21}$$

и вместе с истинным значением $\tilde{c}_{A,c}$ вместо $c_{A,c}$:

$$\tilde{u}_c^2(\tilde{c}_{A,c}) = (w/t_g)^2 \{\tilde{c}_{A,c} t_g/w + n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2[n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})]\} + \ldots$$
$$\ldots + \tilde{c}_{A,c}^2 \cdot u_{rel}^2(w), \tag{22}$$

порог принятия решения $c_{A,c}^*$ определяют по следующей формуле:

$$c_{A,c}^* = k_{1-\alpha} \cdot (w/t_g) \cdot \sqrt{n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2[n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})]} \tag{23}$$

и предел обнаружения $c_{A,c}^\#$ определяют по формуле

$$c_{A,c}^\# = c_{A,c}^* + k_{1-\beta} \times \ldots$$
$$\ldots \times \sqrt{(w/t_g)^2 \{c_{A,c}^\# t_g/w + n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2[n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})\} + c_{A,c}^{\#\,2} u_{rel}^2(w)}\,. \tag{24}$$

Пределы обнаружения вычисляют решением формулы (24) для $c_{A,c}^\#$ или более просто итерацией с начальной аппроксимацией $c_{A,c}^\# = 2 \cdot c_{A,c}^*$.

Принимая $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$, решением формулы (24) является формула

$$c_{A,c}^\# = \frac{2 \cdot c_{A,c}^* + (k^2 \cdot w)/t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \tag{25}$$

11.6.2 Вклад фона

В этом случае используют формулу (19) для расчета поправки с $x = 1$ и $u(x) = 0$.

$n_{N0,E}$ – число отсчетов в чистом пике гамма-линии в фоновом спектре и t_0 время счета фонового спектра. Это приводит к

$$c_{A,c} = (n_{N,E} / t_g - n_{N0,E} / t_0) \cdot w. \tag{26}$$

Стандартную неопределенность $c_{A,c}$ рассчитывают по формуле

$$u^2(c_{A,c}) = w^2 (n_{g,E} / t_g^2 + n_{g0,E} / t_0^2 + u^2(n_{b,E}) / t_g^2 + u^2(n_{b0,E}) / t_0^2) + c_{A,c}^2 \cdot u_{rel}^2(w) \tag{27}$$

и вместе с истинным значением $\tilde{c}_{A,c}$ от $c_{A,c}$

$$\tilde{u}_c^2(\tilde{c}_{A,c}) = w^2 \{\tilde{c}_{A,c} / t_g w + [n_{b,E} + u^2(n_{b,E})] / t_g^2 + [n_{g0,E} + u^2(n_{b0,E})] / t_0^2 + (n_{g0,E} - n_{b0,E}) / t_0 t_g\} + \ldots$$
$$\ldots + \tilde{c}_{A,c}^2 u_{rel}^2(w). \tag{28}$$

Порог принятия решения $c_{A,c}^*$ рассчитывают по формуле

$$c_{A,c}^* = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{[n_{b,E} + u^2(n_{b,E})] / t_g^2 + [n_{g0,E} + u^2(n_{b0,E})] / t_0^2 + (n_{g0,E} - n_{b0,E}) / t_0 t_g} \tag{29}$$

и предел обнаружения $c_{A,c}^\#$ рассчитывают по формуле

$$c_{A,c}^\# = c_{A,c}^* + k_{1-\beta} \times \ldots$$
$$\ldots \times \sqrt{w^2 \left\{ \frac{c_{A,c}^\#}{t_g w} + [n_{b,E} + u^2(n_{b,E})] / t_g^2 + [n_{g0,E} + u^2(n_{b0,E})] / t_0^2 + (n_{g0,E} - n_{b0,E}) / t_0 t_g \right\} + c_{A,c}^{\#\,2} u_{rel}^2(w)}. \tag{30}$$

Пределы обнаружения находят путем решения формулы (30) для $c_{A,c}^\#$ или более просто итерацией с начальной аппроксимацией $c_{A,c}^\# = 2 \cdot c_{A,c}^*$.

Принимая $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$, решением формулы (30) является формула

$$c_{A,c}^\# = \frac{2 \cdot c_{A,c}^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \tag{31}$$

Границы доверительного интервала вычисляют по формулам (16) и (17).

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен соответствовать требованиям ISO/IEC 17025 и содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификацию пробы;

c) единицы, в которых выражается результат;

d) итоговые результаты $c_A \pm u_c(c_A)$ или $c_A \pm U$, связанные со значением k.

Может быть предусмотрена дополнительная информация:

e) вероятности α, β и $(1 - \gamma)$;

f) порог принятия решения и предел обнаружения;

g) в зависимости от требований заказчика существуют различные способы представления результата:

1) когда объемная активность c_A сравнивается с порогом принятия решения (см. ISO 11929), результат измерений должен быть представлен как $\leq c_A^*$, если результат измерений ниже порога принятия решения;

2) когда объемная активность c_A сравнивается с пределом обнаружения, результат измерений может быть представлен как $\leq c_A^\#$, если результат измерений ниже предела обнаружения. Если предел обнаружения превышает значение нормируемого значения, то должно быть зарегистрировано, что метод измерений не является подходящим для цели измерения;

h) упоминание о любой информации, влияющей на результаты измерений.

Приложение А
(справочное)

Пример раствора носителей, который может быть добавлен в пробу воды при исследовании сточной воды от атомной станции

Растворяют в 100 мл соляной кислоты [*c* (HCl = 0,1)] моль/л:
– 5,3 г гексагидрата хлорида хрома (III) ($CrCl_3 \cdot 6H_2O$);
– 3,6 г тетрагидрата хлорида марганца (II) ($MnCl_2 \cdot 4H_2O$);
– 4,8 г гексагидрата хлорида железа (III) ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$);
– 4,0 г гексагидрата хлорида кобальта (II) ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$);
– 3,5 г октагидрата оксихлорида циркония (IV) ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$);
– 1,3 г хлорида цезия (CsCl);
– 1,8 г дигидрата хлорида бария ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$);
– 2,7 г гептагидрата хлорида лантана (III) ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$);
– 2,7 г гептагидрата хлорида церия (III) ($CeCl_3 \cdot 7H_2O$);
– 2,1 г хлорида цинка (II) ($ZnCl_2$);
– 2,1 г теллурата калия (K_2TeO_4).

1 мл этого раствора носителей добавляют в 1 л пробы воды.

Приложение В
(справочное)

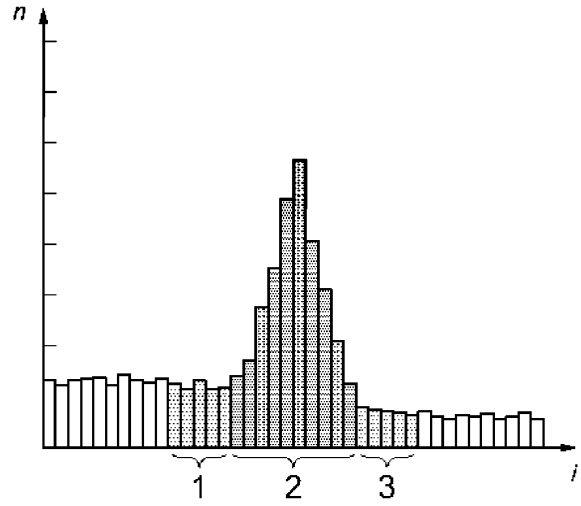
Вычисление объемной активности из гамма-спектра линейным вычитанием фона (неискаженный пик)

Часто площадь чистой области пика рассчитывают вычитанием линейного фона. В этом случае в спектре определяют три области: область Р, симметрично расположенная вокруг максимума пика, охватывающая p каналы, и две области В1 и В2, каждая из которых занимает b каналы, прилегающие с двух сторон к Р (см. рисунок В.1). При полной ширине на половине высоты пика h выбирают длину соответствующей области пика $p \approx 2{,}5h$ и $b \approx p/2$. Тогда чистую площадь пика n_N вычисляют в соответствии с формулой (6) настоящего стандарта со следующими допущениями:

$$n_g = \sum_{i \in P} n_i,\ n_{B1} = \sum_{i \in B1} n_i,\ n_{B2} = \sum_{i \in B2} n_i \text{ и } n_b = \frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}). \quad (B.1)$$

Стандартные неопределенности определяют как

$$u(n_g) = \sqrt{n_g},\quad u(n_b) = \frac{p}{2b} \cdot \sqrt{n_{B1} + n_{B2}} \text{ и } u(n_N) = \sqrt{n_g + \left(\frac{p}{2b}\right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2})}. \quad (B.2)$$



i – число каналов;
n – отсчеты;
1 – область В1 с длиной b;
2 – область Р с длиной p;
3 – область В2 с длиной b

Рисунок В.1 – Схема линейного вычитания фона в гамма-спектрометрии

Стандартная неопределенность объемной активности согласно формуле (9) равна

$$u^2(c_A) = w^2 \cdot \left(n_g + \left(\frac{p}{2b}\right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2}) \right) / t_g^2 + \frac{n_N^2}{t_g^2} \cdot u^2(w). \quad (B.3)$$

В этом случае $\tilde{u}^2(\tilde{c}_A)$ рассчитывают по формуле

$$\tilde{u}^2(\tilde{c}_A) = (w/t_g)^2 \cdot \left(\tilde{c}_A \cdot \frac{t_g}{w} + \frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}) + \left(\frac{p}{2b}\right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2}) \right) + \tilde{c}_A^2 \cdot u_{rel}^2(w). \quad (B.4)$$

Также рассчитывают порог принятия решения:

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot (w / t_g) \cdot \sqrt{\frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}) + \left(\frac{p}{2b}\right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2})}. \quad \text{(B.5)}$$

И для пределов детектирования:

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(c_A^\#)$$

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \sqrt{(w / t_g)^2 \cdot \left[c_A^\# \cdot \frac{t_g}{w} + \frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}) + \left(\frac{p}{2b}\right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2}) \right] + c_A^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)}. \quad \text{(B.6)}$$

Если считать, что $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$, то решением формулы (B.6) является формула

$$c_A^\# = \frac{2 \cdot c_A^* + \left(k^2 \cdot w\right) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \quad \text{(B.7)}$$

Границы доверительного интервала рассчитываются исходя из формул (16) и (17).

Библиография

[1] IAEA, TECDOC 1011, Intercomparison of gamma ray analysis software packages, Vienna, 1998
(Сличения по анализу гамма-излучения при помощи программного обеспечения)

[2] IAEA, TECDOC 1275, Specialized software utilities for gamma ray spectrometry, Vienna, 2002
(Специальные программные утилиты для гамма-спектрометрии)

[3] Knoll, G.F., Radiation Detection and Measurement, 3rd Edition, Wiley, New York, 2000, pp. 405-456, pp. 577-710, pp. 757-776
(Обнаружение радиации и ее измерение)

[4] Gehrke, R.J. and Davidson, J.R. 'Acquisition of quality y-ray spectra with HPGe spectrometers', Appl.Radiat.Isot, 62, 2005, pp. 479-499
(Получение качественных гамма-спектров на гамма-спектрометрах с использованием особочистых германиевых детекторов)

[5] Bureau International des Poids et Mesures, Table of Radionuclides, Monographie BIPM-5, 2004
(Таблица радионуклидов)

[6] OECD Nuclear Energy Agency, Joint Evaluation File, JEF 2.2, Java-based Nuclear Data Display Program, Data Bank available from gost.e-ecolog.ru
(Программное обеспечение на языке Java для отображения ядерных данных; база данных размещена по адресу gost.e-ecolog.ru

[7] IAEA, TECDOC-619, X-ray and gamma-ray standards for detector calibration, Vienna, 1991
(Стандарты по рентгеновскому излучению и гамма-излучению для калибровки детекторов)

[8] Debertin, K. and Helmer, R.G. Gamma- and X-ray spectrometry with semiconductor detectors, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 1988
(Гамма-спектрометрия и радиационная спектрометрия с полупроводниковыми детекторами)

[9] Debertin, K. and Schotzig, U. Bedeutung von Summationskorrektionen bei der Gammastrahlen-Spektrometrie mit Germaniumdetektoren, PTB-Bericht Ra-24, Braunschweig, 1990, ISSN 0341-6747, ISBN 3-89429-010-2
(Значение поправок суммирования в гамма-спектрометрии с использованием германиевых детекторов)

[10] Debertin, K. and Schotzig, U. Coincidence summing corrections in Ge(Li)-spectrometry at low source-to-detector distances, Nucl. instr. and methods, 158, 1979, p. 471
(Поправки суммирования совпадений в спектрометрии с использованием германиевых (литиевых) детекторов на малых расстояниях «источник – детектор»)

[11] Gilmore, G., Hemingway, J. Practical gamma ray spectrometry, John Wiley & Sons, 1995 (ISBN 0471 95150 1)
(Практическая гамма-спектрометрия)

[12] ANSI N42.14 (1999). American National Standard for Calibration and Use of Germanium Spectrometers for the Measurement of Gamma-Ray Emission Rates of Radionuclides
(Американский национальный стандарт по калибровке и использованию спектрометров с германиевыми детекторами для измерения интенсивности гамма-излучения радионуклидов)

[13] ASTM E181-98 (2003). Standard Test Methods for Detector Calibration and Analysis of Radionuclides
(Стандартные методы испытаний для калибровки детекторов)

[14] IEEE Std 325 (1996). IEEE Standard Test Procedures for Germanium Gamma-Ray Detectors
(Стандартные методы испытаний ИИЭР для германиевых гамма-детекторов)

[15] Geant4 Home Page, gost.e-ecolog.ru
(Geant4, домашняя страница проекта, gost.e-ecolog.ru)

[16] The EGSnrc Code System: Monte Carlo simulation of electron and photon transport. Technical Report PIRS-701, National Research Council of Canada, Ottawa, Canada, 2003
(Система кодирования EGSnrc. Моделирование транспорта электронов и фотонов. Технический отчет PIRS-701)

[17] Los Alamos National Laboratory. MCNP-4C. Monte-Carlo N-Particle Transport Code System, version 4C, New Mexico, USA, 2001
(MCNP-4C, Система кодирования транспорта N-частиц по методу Монте-Карло, редакция 4C)

[18] Salvat, F., Fernandez-Varea, J.M. Sempau, J. ef al. PENELOPE - gost.e-ecolog.ru

[19] ISO 11929:2010 [2)] Determination of the detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements [2)]
(Определение характеристических пределов (порога принятия решения, предела обнаружения и пределов доверительного интервала) для измерений ионизирующего излучения. Основные положения и применение)

[2)] Действует взамен ISO 11929:2005 (все части).

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 5667-14:1998 Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращение с ними	IDT	СТБ ИСО 5667-14-2002 Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб воды и обращении с ними
ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий	IDT	СТБ ИСО/МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
IEC 61452:1995 Приборы радиационно-измерительные. Измерение гамма-лучевого излучения радионуклидов. Калибровка и применение германиевых спектрометров	IDT	СТБ МЭК 61452-2005 Ядерное оборудование. Измерение интенсивности гамма-излучения радионуклидов. Калибровка и применение германиевых спектрометров

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 26.10.2010. Подписано в печать 24.11.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,67 Уч.- изд. л. 1,19 Тираж 20 экз. Заказ 1153

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru