СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

ПОЧВЫ

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ^{137}Cs В ПОЧВАХ СЕЛЬХОЗУГОДИЙ

МИНСЕЛЬХОЗПРОД РОССИИ

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1. **Разработан** Центральным научно-исследовательским институтом агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО).

Внесен Главным управлением химизации и защиты растений с Госхимкомиссией Минсельхозпрода России.

2. **Утвержден и введен в действие** заместителем министра сельского хозяйства и продовольствия Российской Федерации А.Г. Ефремовым 14.04.1995 г.

3. Стандарт **соответствует** ГОСТ Р 1.5-92.

4. **Введен впервые.**

Содержание

1. Область применения.....8
2. Нормативные ссылки.....8
3. Методика определения ^{137}Cs в почвах сельхозугодий с помощью сцинтилляционной гамма-спектрометрии.....8
4. Требования безопасности.....14

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель министра
сельского хозяйства
и продовольствия
Российской Федерации
А.Г.Ефремов
14 апреля 1995 г.

Стандарт отрасли
Почвы
Методика определения ^{137}Cs в почвах сельхозугодий

Дата введения 01.01.1995 г.

1. Область применения.

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методике определения ^{137}Cs в почвах сельскохозяйственных угодий с использованием сцинтилляционной гамма-спектрометрии.

Положения настоящего стандарта подлежат применению расположенными на территории Российской Федерации проектно-изыскательскими центрами и станциями (Государственными центрами и станциями) агрохимической службы и другими организациями, осуществляющими контроль за загрязнением почв радионуклидами.

2. Нормативные ссылки.

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 1.2-92 "Государственная система стандартизации. Порядок разработки государственных стандартов Российской Федерации".

ГОСТ Р 1.5-92 "Государственная система стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов"

3. Методика определения ^{137}Cs в почвах сельхозугодий с помощью сцинтилляционной гамма-спектрометрии.

3.1. Отбор проб.

Отбор проб почвы для определения ^{137}Cs производится в соответствии с "Инструкцией по отбору почв при радиационном

обследовании загрязнения местности" и "Руководством по организации контроля природной среды в районе расположения АЭС".

3.2. Определение ^{137}Cs методом сцинтилляционной гамма-спектрометрии.

При проведении измерений на сцинтилляционном гамма-спектрометре следует руководствоваться правилами работы с радиоактивными веществами, нормами радиационной безопасности и правилами работы с электрооборудованием. До включения в работу спектрометра и вспомогательной аппаратуры необходимо проверить наличие заземления. Измерения следует проводить только по истечении времени установления рабочего режима и после подачи рабочего напряжения на блок детектирования согласно паспорту на прибор.

3.2.1. Аппаратура и реактивы.

3.2.1.1. В состав сцинтилляционного гамма-спектрометра входят следующие блоки:

– многоканальный анализатор импульсов АИ-1024-95 по ТУ 95. 1019-82 или АМ А-03Ф по еФ 2.800.003 ТУ;

– блок детектирования с кристаллом NaI (Tl) размером 63х63 мм типа БДЭГ-2-23 по ТУ 95.721-8;

– блок питания низковольтный типа БНН-168 М или БНН-254 по ЖШ 2.200.419 ТУ;

– блок питания высоковольтный типа БНВ-30 П по ТУ 755-80;

– свинцовый защитный домик;

– персональная электронно-вычислительная машина.

3.2.1.2. Комплект образцовых спектрометрических гамма-источников (ОСГИ) по ТУ 17-3.68.

Образцовый радиоактивный раствор цезия — цезий азотнокислый по ТУИ-170-71.

3.2.2. Градуировка спектрометра.

В задачу градуировки сцинтилляционного гамма-спектрометра входит определение параметров установки, которые позволяют по экспериментальному спектру установить энергию и интенсивность гамма-излучения образца почвы.

3.2.2.1. Энергетическая калибровка гамма-спектрометра.

Для определения энергии гамма-излучения следует установить взаимосвязь между энергией гамма-квантов и положением пиков полного поглощения (фотопиков) в экспериментальном спектре. Для калибровки сцинтилляционного гамма-спектрометра с целью дальнейшего определения интенсивности γ-излу-

чения ^{137}Cs (Eγ = 662 кэВ) вполне достаточно двух изотопов из комплекса ОСГИ (^{137}Cs и ^{60}Co). Получение спектра от этих изотопов целесообразно проводить в первой четверти памяти анализатора, добиваясь того, чтобы максимум пика ^{137}Cs (Eγ = 662 кэВ) находился около 400-канала, а пики от ^{60}Co (Eγ = 1170, Eγ = 1330 кэВ) в районе700 и 800 канала соответственно. Положение пиков можно изменять путем изменения напряжения на блоке детектирования и изменением коэффициента усиления.

В случае ручной калибровки определяется зависимость энергии γ-излучения от номера канала, в котором находится максимум соответствующего пика.

Результаты целесообразно представить графически в виде линейной зависимости:

$$E_\gamma = A + BN,$$

где E_γ — энергия гамма-квантов, испускаемых радионуклидом;

N — номер канала, в котором находится максимум соответствующего фотопика;

A и B — эмпирические константы, константа A близка к 0, константа В получила название энергетического шага и имеет размерность кэВ/канал.

При машинной обработке данные об энергии излучения и положении пика задаются в программу обработки γ-спектров ПЭВМ в программу "калибровка", а именно в память ПЭВМ вводятся номера каналов, в которых находятся максимумы пиков полного поглощения каждого изотопа, используемых при калибровке и их энергию. Как правило, требуется ввести параметр и энергетический шаг спектрометра (кэВ/канал).

Когда энергетическая шкала спектрометра линейна и градуировочный график проходит через начало координат, задача сводится к определению шага спектрометра в килоэлектронвольтах на канал. Следует учитывать, что коэффициент усиления фотоэлектронного умножителя в блоке детектирования линейного усилителя анализатора может изменяться в зависимости от интенсивности излучения, падающего на детектор. Поэтому загрузка спектрометра при калибровке не должна резко отличаться от таковой при измерении исследуемых образцов почвы. Необходимую загрузку спектрометра обеспечивают либо использованием ОСГИ пониженной активности, либо увеличением расстояния от источника до детектора.

Чтобы количество импульсов в фотопике подчинялось статистическому распределению Гаусса, в максимуме фотопика следует набрать не менее 4000 импульсов.

3.2.2.2. Определение фотоэффективности гамма-спектрометра.

Для определения содержания ^{137}Cs в измеряемом образце по его характеристическому гамма-излучению ($E\gamma$ = 662 кэВ) необходимо определить связь между интенсивностью гамма-излучения с энергией 662 кэВ, испускаемого образцом, и количеством импульсов, зарегистрированных в пике полного поглощения (фотопике). Коэффициент пропорциональности между этими величинами получил название фотоэффективность спектрометра. Под фотоэффективностью спектрометра к гамма-излучению данной энергии и постоянных геометрических условиях понимается отношение числа зарегистрированных импульсов в фотопике к числу гамма квантов данной энергии, испускаемых измеряемым образцом и определяется формулой:

$$F = \frac{S_x}{\eta \cdot A_k} \qquad (1а)$$

или

$$F = \frac{S_x}{0.851 \cdot A_k}, \qquad (1б)$$

где F — фотоэффективность;

S_x — площадь пика полного поглощения для энергии 622 кэВ;

η = 0,851 — квантовый выход гамма-излучения с энергией 622 кэВ для ^{137}Cs;

$A_к$ — активность калибровочного препарата ^{137}Cs.

При ручной обработке численное значение пика полного поглощения вычисляется по формуле:

$$S_x = \sum_{n_1}^{n_2} N_i - \frac{N_1 + N_2}{2} \cdot (n_2 - n_1), \qquad (2)$$

где ΣN_i — количество импульсов, зарегистрированных в интервале (n_1; n_2). Определяется путем операции суммирования на анализаторе в интервале каналов (n_1; n_2)

n_1 — номер канала, соответствующий левой границе пика полного поглощения;

n_2 — номер канала, соответствующий правой границе пика полного поглощения;

N_1 — количество импульсов, зарегистрированных в канале n_1;

N_2 — количество импульсов, зарегистрированных в канале n_2.

Определение фотоэффективности спектрометра необходимо проводить в строгом соответствии геометрии измеряемых проб эталона. Это достигается путем использования для измерения сосуда "Маринелли". В этом случае обеспечивается не только строгое соответствие в геометрии эталонных препаратов и анализируемых образцов, но и достигается оптимальное расположение измеряемого образца относительно детектора.

3.2.2.3. Приготовление эталонных препаратов.

Точность в определении фотоэффективности регистрации ^{137}Cs для физических образцов большой массы (объема) находится в прямой зависимости от равномерности распределения изотопа в измеряемом образце, поэтому при приготовлении эталонного образца ^{137}Cs необходимо распределять этот радионуклид по всей массе эталона.

В качестве калибровочного препарата ^{137}Cs, вводимого в эталон следует использовать образцовый радиоактивный раствор ^{137}Cs (ОРР).

Для измерения удельной (объемной) активности ^{137}Cs в почве эталонный образец готовится на основе соды.

Отбирают навеску соды массой 1 кг. Из этой навески отбирают в фарфоровую чашку или тигель 50-60 г соды, делают в ней небольшое воронкообразное углубление и осторожно мерной пипеткой добавляют раствор ^{137}Cs с фиксированной активностью. Количество введенной активности в образец должно находиться в интервале 600-1500 Бк, туда же сливают 1-2 мл дистиллята, используемого для промывки пипетки. Тигель помещают в термостойкий шкаф и высушивают смесь при температуре 105°С в течение 1 часа.

Высушенную смесь тщательно растирают в 5-6 приемов в агатовой ступке и переносят в сосуд "Маринелли" при помощи штапеля и кальковой бумаги, предварительно засыпав в него 100-150 г соды, герметизируют и встряхивают смесь в течение 20-30 минут. Добавляют оставшееся количество соды и интенсивным перемешиванием в течение 1,5-2 часов добиваются равномерного распределения радиоактивного образца по всему объему эталона.

3.2.3. Анализ экспериментальных гамма-спектров.

3.2.3.1. Проведение измерений.

Включить спектрометрическую установку (последовательно анализатор, блок низковольтного питания, ПЭВМ) прогреть в течение 15 минут, и порциями 30-50 вольт, с интервалом 15-30 сек., поднимать высокое напряжение на блоке высоковольтного питания до значений, указанных в паспорте блока детектирования (1000-15000 вольт). Через 30 минут после установления

высокого напряжения на детекторе анализатор готов к работе.

Поместить на детектор из комплекта ОСГИ эталоны ^{137}Cs и ^{60}Co и провести набор спектра. Проверить энергетическую калибровку гамма-спектра. Убрать эталоны в комплект.

Поместить на детектор эталон ^{137}Cs на основе соды. В соответствии с п. 3.2.2.2. проверить численное значение фотоэффективности.

Описанные операции следует выполнять ежедневно перед началом измерений, а также при использовании нового детектора, нового анализатора, после дезактивации детектора, защитного домика.

Поместить на детектор измеряемый образец почвы массой 1 кг (для легких почв допускается уменьшение массы измеряемой пробы с целью соблюдения соответствия геометрии измерений для образца почвы и эталона на основе соды).

Провести набор гамма-спектра. Время набора спектра устанавливается в зависимости от загрязнения образцов радиоцезием. При содержании ^{137}Cs в пробе почвы менее 100 Бк/кг время набора на АИ-1024-95 составляет 3277 сек (32 к); 100-600 Бк/кг — 1639 сек (16 к) и более 600 Бк/кг — 819 сек (8 к).

3.2.3.2. Обработка результатов.

После набора гамма-спектра следует провести его обработку, т.е. определить количество импульсов, зарегистрированных анализатором, соответствующих энергии гамма-квантов 662 кэВ.

При ручной обработке следует определить положение фотопика на спектре и сравнить положение максимума пика, полученного при наборе, с положением пика ^{137}Cs от эталонного образца.

По графику энергетической калибровки гамма-спектрометра определить энергию, соответствующую максимуму фотопика ^{137}Cs на спектре. Отклонение от табулированного значения $E\gamma = 662$ кэВ не должно превышать 10 кэВ.

По формуле 2 рассчитать количество импульсов в секунду в пике полного поглощения, соответствующему энергии гамма-излучения ^{137}Cs (662 кэВ).

Содержание ^{137}Cs в исследуемом образце рассчитать по следующей формуле:

$$Ao = \frac{S_{Cs}}{0{,}851 \cdot F \cdot m}, \qquad (3)$$

где Ao — содержание ^{137}Cs в образце, Бк/кг;

Sc_s — количество импульсов в секунду в пике полного поглощения ^{137}Cs;

F — фотоэффективность спектрометра;

m — масса измеряемого образца, кг;

0,851 — квантовый выход гамма-излучения с энергией 662 кэВ для ^{137}Cs.

При определении ошибки измерений необходимо учесть суммарную погрешность, которая является суммой погрешностей всех независимо измеряемых величин. В первом приближении суммарную ошибку (σ_Σ) можно вычислить по формуле 4:

$$\sigma_\Sigma = \sqrt{\sigma_s^2 + \sigma_f^2 + \sigma_a^2}, \qquad (4)$$

где σ_s — относительная ошибка в определении площади фотопика пробы;

σ_f — относительная ошибка в определении площади фотопика эталона;

σ_a — относительная ошибка в определении активности эталона.

4. Требования безопасности.

При эксплуатации гамма-спектрометров должны соблюдаться требования "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителями" и "Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" (ПТЭ и ПТБ), утвержденных Госэнергонадзором Минэнерго СССР и "Норм радиационной безопасности" НРБ — 96.

Кроме того, требуется неукоснительно выполнять "Указания мер безопасности помещенные в "Техническом описании и инструкции по эксплуатации приборов".

Радиологи, выполняющие анализы, должны руководствоваться действующими "Основными санитарными правилами работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений" — ОСП 72/87, утвержденных Минздравом России.

Измерение параметров γ-спектрометров и анализаторов импульсов должно производиться персоналом, имеющим соответствующую квалификацию, прошедшим инструктаж по технике безопасности при работе с ИИИ и допущенными медицинскими органами к работе с радиоактивными веществами.

Разработано:

Директор Центрального научно-исследовательского института агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО)
А.М.Артюшин

Руководитель службы стандартизации Н.В.Соколова

Руководитель разработки зав. отделом сельскохозяйственной радиологии ЦИНАО, кандидат химических наук, доцент
А.В.Кузнецов

Исполнители:

Зав. отделом сельскохозяйственной радиологии ЦИНАО, кандидат химических наук, доцент А.В.Кузнецов

Ведущий научный сотрудник, кандидат химических наук
П.М.Орлов

научный сотрудник Г.Р.Мулланурова

Согласовано:

Заместитель начальника Главхимзащиты Минсельхозпрода России М.М.Овчаренко

Начальник отдела Главнауки Минсельхозпрода России
С.М.Голубев

Рассмотрено и одобрено Учёным Советом ЦИНАО. Протокол № 7 от 11 ноября 1994 года.

gost.e-ecolog.ru