ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 13161-2012

Качество воды

ИЗМЕРЕНИЕ ОБЪЕМНОЙ АКТИВНОСТИ ПОЛОНИЯ-210 В ВОДЕ МЕТОДОМ АЛЬФА-СПЕКТРОМЕТРИИ

Якасць вады

ВЫМЯРЭННЕ АБ'ЁМНАЙ АКТЫЎНАСЦІ ПАЛОНІЮ-210 У ВАДЗЕ МЕТАДАМ АЛЬФА-СПЕКТРАМЕТРЫІ

(ISO 13161:2011, IDT)

Издание официальное



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.39:543.429.3(083.74)(476) МКС **13.060.60;** 17.240 КП 03 IDT
Ключевые слова: качество воды, полоний-210, метод альфа-спектрометрии, объемная активность

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

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 13 декабря 2012 г. № 79

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 13161:2011 – Water quality – Measurement of polonium 210 activity concentration in water by alpha spectrometry (Качество воды. Измерение объемной активности полония-210 в воде методом альфа-спектрометрии).
Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Радиологические методы» технического комитета 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, 2013

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, определения, обозначения и единицы измерений 2
3.1 Термины и определения 2
3.2 Обозначения, определения и единицы измерений 2
4 Сущность метода 2
4.1 Основные положения 2
4.2 Обработка 2
4.3 Сущность метода альфа-спектрометрии 3
5 Реактивы и оборудование 3
5.1 Реактивы 3
5.2 Подготовка материала и обработка 3
5.3 Альфа-спектрометрическое измерительное оборудование 4
6 Пробоотбор и пробы 4
7 Химическая обработка и процедура нанесения полония на металл 4
7.1 Общие положения 4
7.2 Химическая обработка 4
7.3 Обработка диска 4
7.4 Процедура осаждения 5
8 Измерение методом альфа-спектрометрии 5
8.1 Общие положения 5
8.2 Контроль качества 5
8.3 Измерение 6
9 Представление результатов 6
9.1 Общие положения 6
9.2 Общий выход 6
9.3 Объемная активность ^{210}Po в пробе 6
9.4 Суммарная неопределенность 7
9.5 Порог принятия решения 7
9.6 Предел обнаружения 7
9.7 Пределы доверительного интервала 7
10 Протокол испытаний 8
Приложение А (справочное) Примеры камеры для осаждения полония 9
Приложение В (справочное) Примеры спектра 10
Библиография 11
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам 13

Введение

Существуют различные методы измерения объемной активности полония-210 (^{210}Po) в воде: альфа-спектрометрия, методы жидкостно-сцинтилляционного и альфа-пропорционального счета.

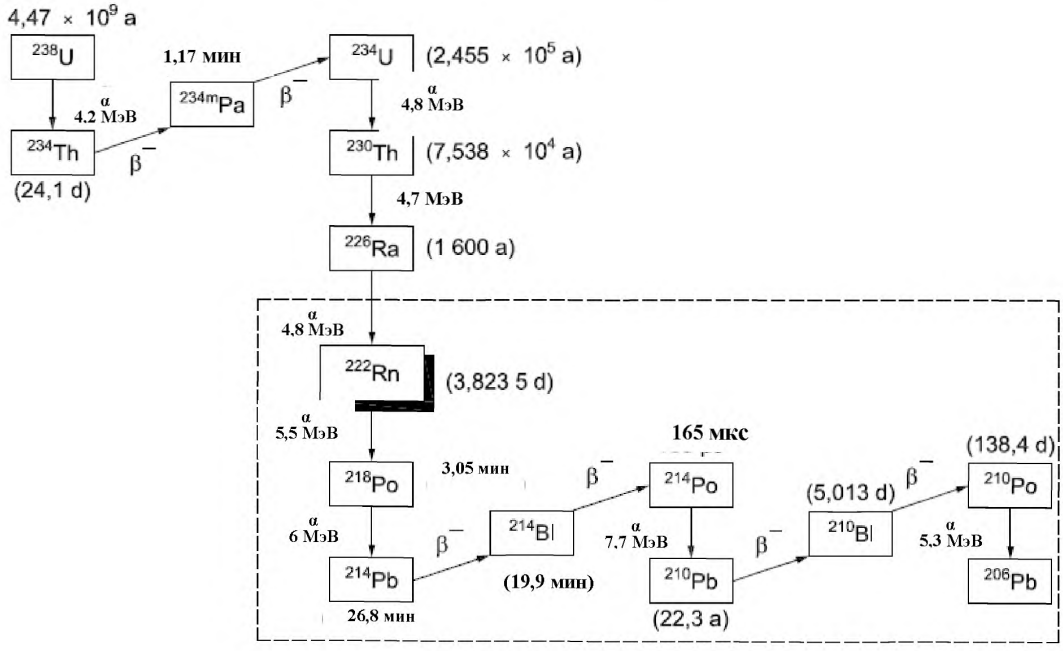
Настоящий стандарт описывает метод измерения объемной активности ^{210}Po в воде методом альфа-спектрометрии.

Полоний-210 (^{210}Po) – природный альфа-излучающий радионуклид с периодом полураспада 138 дн. Он является радионуклидом в природной цепи урана-238 (^{238}U) (см. рисунок 1). Это долгоживущий продукт распада радона-222 (^{222}Rn) через свинец-210 (^{210}Pb) (см. [5] – [9]).

Необходимы меры защиты при работе с радиоактивными материалами, такими как изотопы полония.

Диапазон объемной активности ^{210}Po, например, в питьевой воде очень низкий, обычно в пределах от 1 до 30 мБк/л.

Настоящий стандарт применим ко всем типам вод, включая морскую воду, и обычно позволяет измерять объемную активность ^{210}Po, равную 5 мБк/л или более.



Примечание – 206Pb – стабильный изотоп.

Рисунок 1 – Уран-238 и его продукты распада

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Качество воды
ИЗМЕРЕНИЕ ОБЪЕМНОЙ АКТИВНОСТИ ПОЛОНИЯ-210 В ВОДЕ МЕТОДОМ АЛЬФА-СПЕКТРОМЕТРИИ

Якасць вады
ВЫМЯРЭННЕ АБ'ЁМНАЙ АКТЫЎНАСЦІ ПАЛОНІЮ-210 У ВАДЗЕ МЕТАДАМ АЛЬФА-СПЕКТРАМЕТРЫІ

Water quality
Measurement of polonium 210 activity concentration in water by alpha spectrometry

Дата введения 2013-09-01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Лица, пользующиеся настоящим стандартом, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем по безопасности, связанных с его использованием, если таковые имеются. Пользователь должен сам устанавливать соответствующие меры по безопасности, защите здоровья и обеспечивать соответствие национальным регламентам.

ВНИМАНИЕ! Крайне необходимо, чтобы испытания проводились в соответствии с настоящим стандартом соответствующим квалифицированным персоналом.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к измерению объемной активности ^{210}Po методом альфа-спектрометрии во всех типах природных вод.

Предел чувствительности этого метода зависит от объема пробы, времени счета, скорости счета фона и эффективности обнаружения. В случае питьевой воды обычно выполняется анализ исходной пробы без фильтрации или другой предварительной обработки.

Если взвешенный материал должен быть удален или проанализирован, рекомендуется применять фильтрацию на пористом фильтре 0,45 мкм. Для анализа нерастворимой фракции требуется применение процедуры минерализации, которая не рассматривается настоящим стандартом (см. [4]). В этом случае выполняется измерение различных полученных фаз. Итоговая активность – сумма всех измеренных активностей.

2 Нормативные ссылки

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

ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

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 11929:2010 Определение характеристических пределов (порога принятия решения, предела обнаружения и пределов доверительного интервала) для измерений ионизирующего излучения. Основные положения и применение

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

Издание официальное

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

ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения (GUM:1995)

3 Термины, определения, обозначения и единицы измерений

В настоящем стандарте применяют термины, определения, обозначения, установленные в ISO 80000-10.

3.1 Термины и определения

3.1.1 сертифицированный стандартный раствор (certified reference solution): Раствор известной концентрации, прослеживаемый к первичным или вторичным сертифицированным стандартным растворам радиоактивности.

3.1.2 раствор трассера (метки) (tracer solution): Обычно это вторичный стандарт или стандартный образец, такой как ^{208}Po или ^{209}Po, используемый для определения химического выхода.

3.1.3 стандарт контроля качества (quality control standard): Радиоактивный источник, используемый для подтверждения того, что характеристики используемого измерительного оборудования находятся в пределах определенных границ.

Примечание – Контроль качества обычно осуществляют регулярным измерением подходящего радиоактивного источника в соответствии с [1] – [3].

3.2 Обозначения, определения и единицы измерений

A	активность добавленного трассера (метки)	Бк
c_A	объемная активность ^{210}Po	Бк/л
c_A^*	порог принятия решения	Бк/л
$c_A^\#$	предел чувствительности	Бк/л
$c_A^<$, $c_A^>$	нижняя и верхняя границы доверительного интервала	Бк/л
R_c	химический выход	1
R_T	общий выход	1
r_0	фоновая скорость счета в области размещения пика ^{210}Po	$с^{-1}$
r_{0T}	фоновая скорость счета в области размещения пика трассера (метки)	$с^{-1}$
r_g	общая скорость счета пробы в области размещения пика ^{210}Po	$с^{-1}$
r_T	общая скорость счета в области размещения пика трассера (метки)	$с^{-1}$
t_0	время счета фона	с
t_g	время счета пробы	с
U	расширенная неопределенность, вычисленная по $U = k \cdot u(c_A)$ при $k = 1, 2...$	Бк/л
$u(c_A)$	стандартная неопределенность, связанная с начальным результатом измерения	Бк/л
V	объем аликвоты измеряемой пробы	л
ε	эффективность счета	1

4 Сущность метода

4.1 Основные положения

После отбора испытуемая проба подвергается обработке, которая приводит к чрезвычайно тонкому распределению полония на металлическом диске, для измерения методом альфа-спектрометрии.

Период полураспада ^{210}Po – (138,376 ± 0,002) сут (см. [11]).

Проба должна быть проанализирована как можно скорее, чтобы получить объемную активность на дату отбора. Если время, прошедшее между отбором пробы и измерением велико, измеренная объемная активность требует внесения поправки, и тогда необходимо знать объемные активности ^{210}Pb и ^{210}Bi для приведения объемной активности ^{210}Po к дате осуществления отбора.

4.2 Обработка

Основные шаги при обработке пробы следующие:

– фильтрация, если необходимо;

– подкисление концентрированной соляной кислотой или азотной кислотой и добавление трассера (метки) раствора ^{208}Po или ^{209}Po.

Примечание – Изотопы полония ^{208}Po (альфа-излучение 5,11 МэВ) или ^{209}Po (альфа-излучение 4,88 МэВ) могут быть использованы в качестве трассеров, так как интерференция с ^{210}Po (альфа-излучение 5,31 МэВ) минимальна для детекторов, имеющих хорошее разрешение (< 50 кэВ FWHM); ^{209}Po предпочтительней, но приемлем и ^{208}Po;

– добавление восстанавливающего агента (например, аскорбиновой кислоты);

– непосредственное осаждение тонкого слоя на металлический диск.

Измерение объемной активности, так же как и определение общего выхода, выполняется методом альфа-спектрометрии.

4.3 Сущность метода альфа-спектрометрии

Тонкий слой, депонированный на металлическом диске, позволяет обнаруживать альфа-частицы. Воздействие альфа-частиц на датчик альфа-излучения приводит к изменению (смещению) тока, который пропорционален энергии частиц.

Электронные импульсы, сгенерированные датчиком, усиливаются и преобразуются в энергетический спектр, используя аналогово-цифровой преобразователь, многоканальный анализатор и компьютерную обработку. Спектр, показанный на дисплее, позволяет идентифицировать радионуклиды, находящиеся в источнике, а суммирование отсчетов позволяет определить объемную активность испытуемой пробы, принимая во внимание фоновую скорость счета и/или холостую пробу и общий выход.

Анализ холостой пробы должен быть выполнен с теми же самыми реактивами, заменяя водный образец водой, полученной согласно ISO 3696, степень чистоты 3, ранее используемой для подготовки реактивов без трассера (метки).

Чтобы гарантировать приемлемую работу измерительной системы, должен быть измерен стандарт контроля качества.

Химический выход ^{210}Po определяют, добавляя радиоактивный трассер (метку). Полный выход рассчитывают, используя химический выход и эффективность обнаружения.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Реактивы

Для химической обработки и чистки металлического диска используют реактивы только признанной аналитической чистоты.

Используют реактивы, в которых отсутствует ^{210}Po.

5.1.1 Вода – в соответствии с ISO 3696, степень чистоты 3.

5.1.2 Раствор трассера

Раствор трассера ^{208}Po ($T_{1/2}$ = (1 058,5 ± 0,7) сут) или ^{209}Po ($T_{1/2}$ = (37 300 ± 1 800) сут) известной активности доводят до объемной активности ^{210}Po, которая ожидается в испытуемой пробе (см. [12], [13]).

При использовании ^{208}Po необходимо принять в расчет его период полураспада в соответствии с информацией, приведенной в сертификате калибровки.

Примечание – Период полураспада ^{209}Po и связанная с ним неопределенность недавно были подвергнуты исследованию, которое предлагает неопределенность ±25 % вместо 4,8 % (см. [14]).

5.1.3 Концентрированная соляная кислота 37 % или концентрированная азотная кислота.

5.1.4 Разбавленная соляная или азотная кислота для корректировки pH в начале обработки.

5.1.5 Аскорбиновая кислота или **гидрохлорид гидроксиламина.**

5.1.6 Этанол.

5.2 Подготовка материала и обработка

Подготовка материала должна быть соответствующей используемому методу (раздел 7).

5.2.1 Стандартное лабораторное оборудование, включая фильтрационный материал, нагревательную плитку, pH-метр или лакмусовую бумагу.

5.2.2 Прецизионные аналитические весы.

5.2.3 Мешалка.

5.2.4 Оборудование для подготовки нанесения тонкого слоя.

5.2.5 Металлический диск из металла, на котором происходит восстановительное осаждение полония (например, нержавеющая сталь (тип 304L), серебро, никель или другой металл, отвечающий этим требованиям).

5.3 Альфа-спектрометрическое измерительное оборудование

Альфа-спектрометрическое измерение может быть выполнено, используя ионизационные камеры с сеткой либо тонкие полупроводниковые детекторы.

Существенным требованием является визуализация спектра.

6 Пробоотбор и пробы

Важно, чтобы лаборатория получала пробы для испытаний как можно быстрее.

Проведение пробоотбора, обработки и хранение выполняют согласно ISO 5667-1 и ISO 5667-3.

7 Химическая обработка и процедура нанесения полония на металл

7.1 Общие положения

Объем пробы для анализа обычно варьируется между 150 и 2 000 мл.

При необходимости анализируемая проба может быть профильтрована на фильтре 0,45 мкм (рекомендуется использование одноразовых фильтрующих устройств).

Подкисляют фильтрат предпочтительно разбавленной соляной кислотой по 5.1.4 для гарантии того, что pH анализируемой пробы будет ниже 1,5.

Должны быть предприняты все существенные меры предосторожности во время обработки и хранения анализируемой пробы для предотвращения загрязнения или деградации.

Должна быть выполнена и зарегистрирована проверка того, что любое загрязнение реактивов и остаточное загрязнение аналитического оборудования находятся ниже предела чувствительности метода (анализ холостой пробы).

Анализ должен выполняться в вытяжном шкафу.

Примечание – Если необходимо проанализировать пробы большого объема или выполнить специальные исследования, может потребоваться предварительное концентрирование пробы до начала химической обработки, например может использоваться соосаждение $Fe(OH)_3$ с добавлением Fe^{3+}. Если используется соосаждение, объем проанализированного образца может быть увеличен и, соответственно, предел чувствительности уменьшится в той же пропорции.

7.2 Химическая обработка

От испытуемой пробы отбирают аликвоту в объеме *V*, например 500 мл.

Корректируют pH с помощью концентрированной соляной кислоты или концентрированной азотной кислоты (5.1.3) таким образом, чтобы значение pH было менее 1,5. Добавляют известное количество раствора трассера (5.1.2), что позволяет определить химический выход без внесения больших неопределенностей и избежать загрязнения лабораторного оборудования. В идеале пики ^{210}Po и изотопа-трассера должны иметь одинаковую величину (идеальный вариант – это когда число отсчетов в пике трассера находится в пределах между 400 и 10 000).

На данном этапе можно осуществить концентрирование [выпаривание досуха и добавление разбавленной соляной кислоты (5.1.4)] пробы путем медленного выпаривания при температуре ниже 80 °C (чтобы предупредить испарение Po) до получения сухого остатка, после чего добавляют, например, 20 мл 6 моль/л HCl.

Объем раствора доводят водой приблизительно до 100 мл (5.1.1).

Рекомендуется, чтобы концентрация HCl в конечной пробе была в пределах от 0,1 до 3 моль/л и чтобы все время использовалась одна и та же концентрация в целях обеспечения повторяемости. Объем конечной пробы может варьироваться от 50 до 100 мл.

7.3 Обработка диска

Диск должен быть тщательно очищен от остатков органических примесей. Для очистки может использоваться, например, этанол. Для удаления окислов осажденного металла с поверхности диска может использоваться разбавленная соляная кислота.

Примечание – В случае с незащищенными серебряными дисками окислы и сульфаты осажденного металла, присутствующие на поверхности диска, могут быть удалены с помощью полирующего средства или путем промывки разбавленным нашатырным спиртом.

После обработки диск споласкивают водой.

7.4 Процедура осаждения

Переносят раствор в устройство для осаждения (приложение А) и добавляют избыток восстанавливающего реагента, например 0,1 г аскорбиновой кислоты или гидрохлорида гидроксиламина (5.1.5).

На стадии осаждения металлический диск выполняет функцию катализатора при проведении реакции восстановления полония из Po^{4+} или Po^{2+} до нейтрального металла. Добавление восстанавливающего реагента в раствор препятствует окислению (и, соответственно, растворению) осадка полония на диске какими-либо окислителями, которые могут присутствовать в растворе, например Fe^{3+}.

На протяжении всей процедуры осаждения раствор непрерывно перемешивают, используя автоматическую мешалку.

Реакция восстановления Po^{4+} или Po^{2+} до нейтрального металла при комнатной температуре протекает медленно. Процесс осаждения можно ускорить путем нагрева раствора до температуры не выше 90 °С. При этом необходимо следить за тем, чтобы раствор находился в постоянном контакте с металлическим диском и не было избыточного кипения. По этой причине рекомендуется поддерживать низкий показатель кислотности раствора, чтобы ограничить потери вещества, связанные с испарением. Эта стадия должна быть достаточно продолжительной, чтобы обеспечить хороший выход осажденного металла, который в нормальных условиях длится в течение 3 ч.

Аскорбиновую кислоту следует добавлять аккуратно, так как она может стать источником спектральных помех. Требуемое количество зависит от количества железа Fe, присутствующего в образце, особенно если использовалось соосаждение с помощью $Fe(OH)_3$.

По завершении процедуры полоний распределяется на диске в виде тонкослойного источника. Споласкивают диск водой (5.1.1) и ожидают пока он высохнет, перед тем как приступить к измерению методом альфа-спектрометрии.

В зависимости от используемого устройства для осаждения (например, если диск подвешивается в растворе) важно, чтобы металл осаждался только на одной стороне диска. При необходимости одну сторону диска заклеивают лентой.

8 Измерение методом альфа-спектрометрии

8.1 Общие положения

Время счета зависит от требований к качеству данных, установленной неопределенности и пределу чувствительности.

8.2 Контроль качества

Источники для контроля качества оборудования должны быть измерены (см. 3.1.3) для проверки того, что измерительное оборудование работает в пределах установленных границ (см. [10]).

Для этой цели, а также для оценивания эффективности обнаружения может использоваться тонкослойный вариант источника $^{239/240}Pu$. Энергия альфа-частиц, испускаемых этим источником, находится в диапазоне от 5,10 до 5,20 МэВ, а степень распада атомов в течение периода эксплуатации источника незначительна.

Химический выход аналитической процедуры может быть вычислен по формуле (1)

$$R_c = \frac{R_T}{\varepsilon}. \quad (1)$$

Расшифровку обозначений см. в 3.2. Как правило, получаемый химический выход составляет более 90 %.

Фоновая скорость счета определяется для каждого датчика измерением пустой подложки (очищенный диск). Время измерения должно быть как минимум равно времени, используемому для измерения пробы.

Примечание – Исследованиями можно продемонстрировать, что оптимальное время для измерения источника фонового излучения равно времени измерения излучения источников с очень низкой радиоактивностью (см. [12]).

Результат анализа холостой пробы [т. е. анализа, выполненного на пробе воды (5.1.1)], не содержащей обнаруживаемого количества ^{210}Po и без добавления раствора трассера (5.1.2), должен быть сравнен с суммой всех значений фонового излучения, полученных на данном датчике. Этот результат должен быть сопоставим со значением фонового излучения, измеренного при пустой подложке (очищенный диск) в диапазонах энергий ^{210}Po, и изотопа-трассера, так как это служит подтверждением отсутствия загрязнения реагентов и лабораторного оборудования.

Значение фона датчика обозначается как r_0. Если результат измерения холостой пробы значительно превышает r_0, то это указывает на присутствие полония в реагентах и/или оборудовании или на перекрестное загрязнение.

8.3 Измерение

Источник измеряется, используя ионизационные камеры с сеткой или тонкие полупроводниковые датчики (см. приложение В).

9 Представление результатов

9.1 Общие положения

См. 3.2 относительно расшифровки обозначений, используемых далее.

Результаты измерений представляются в протоколе испытаний в единицах объемной активности (Бк/л). В протоколе испытаний указывается коэффициент охвата расширенной неопределенности.

Представленный результат рассматривают как оценку «истинного» значения, имеющую неопределенность, которая представляет собой сумму отдельных составляющих.

Если для измерения объемной активности радионуклида используется метод альфа-спектрометрии, учитываются стандартные неопределенности только следующих параметров:

a) общий счет и фоновый счет, суммирование их в соответствующем пике;

b) масса добавленного трассера (или объем раствора трассера);

c) радиоактивность и степень чистоты трассера;

d) объем испытуемой пробы.

Неопределенности других параметров незначительны по сравнению с неопределенностями параметров, указанных в перечислениях a) – d), если нет какой-либо особой причины учитывать их, ими можно пренебречь.

Учитывают также рекомендации, указанные ниже.

Если в качестве трассера для определения химического выхода используется ^{209}Po, в значение радиоактивности ^{209}Po должна вноситься поправка с учетом вероятности распада (99,52 ± 0,04) %, а также исходя из его периода полураспада и прошедшего промежутка времени. Рекомендуется путем проверки удостовериться в том, что неопределенность, связанная с периодом полураспада ^{209}Po, не вносит существенную систематическую погрешность в результат.

Если количество трассера добавляется по объему, необходимо точно знать объемную активность раствора трассера. Для добавления трассера рекомендуется использовать гравиметрический метод.

Если известно, что в пробе присутствует ^{210}Pb, вычисление радиоактивности пробы по состоянию на исходную дату может быть сложным. Если осаждение и измерение ^{210}Po не проводятся непосредственно после отбора пробы, также должны измеряться радиоактивности ^{210}Pb и/или ^{210}Bi для внесения необходимых поправок.

9.2 Общий выход

Общий выход – это производное химического выхода и эффективности счета.

Химический выход можно рассматривать как параметр контроля качества.

Общий выход R_T вычисляется на основании спектра пробы по формуле (2)

$$R_T = \frac{(r_T - r_{0T})}{A}. \qquad (2)$$

См. расшифровку обозначений в 3.2. Поправка на распад в формуле (2) не учитывается, но должна вноситься при необходимости.

9.3 Объемная активность ^{210}Po в пробе

Все формулы предполагают, что для измерения пробы и для измерения фона используется одинаковое время счета.

Объемная активность ^{210}Po в пробе, Бк/л, по состоянию на дату измерения вычисляется по формуле (3)

$$c_A = \frac{(r_g - r_0)}{VR_T} = (r_g - r_0)w, \qquad (3)$$

где $w = \frac{1}{VR_T}$.

Что касается необходимости внесения поправок, учитывают следующие замечания.

Если в качестве трассеров используется ^{208}Po или ^{209}Po, поправку на наличие примесей в трассере необходимо вносить только в том случае, если значение примесей задекларировано поставщиком или если известно, что примеси имеются.

Поправка на распад может учитываться в значении объемной активности ^{210}Po при необходимости, например, если используется очень длительное время счета или в случае временного промежутка между датой осаждения полония и датой счета.

9.4 Суммарная неопределенность

В соответствии с ISO/IEC Guide 98-3 суммарная стандартная неопределенность c_A может быть вычислена по формуле (4)

$$u(c_A) = \sqrt{w^2\left[u^2(r_g) + u^2(r_0)\right] + c_A^2\, u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) + c_A^2\, u_{rel}^2(w)}, \quad (4)$$

где неопределенность времени счета не учитывается, а стандартная неопределенность w, $u_{rel}(w)$ вычислена по формуле (5)

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(R_T) + u_{rel}^2(V). \quad (5)$$

Относительная стандартная неопределенность R_T, $u_{rel}(R_T)$ вычисляется по формуле (6)

$$u_{rel}^2(R_T) = u_{rel}^2(r_T - r_{0T}) + u_{rel}^2(A) = \frac{(r_T / t_g) + (r_{0T} / t_0)}{(r_T - r_{0T})^2} + u_{rel}^2(A), \quad (6)$$

где $u^2_{rel}(A)$ включает все составляющие, связанные с активностью трассера, т. е. активность в стандартном растворе, приготовление раствора трассера и добавление раствора трассера к пробе.

Для вычисления характеристических пределов требуется $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$, т. е. суммарная неопределенность c_A как функция истинного значения (см. также ISO 11929), вычисляемая по формуле (7)

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2\left[\frac{(\tilde{c}_A / w + r_0)}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right] + \tilde{c}_A^2\, u_{rel}^2(w)}. \quad (7)$$

9.5 Порог принятия решения

Порог принятия решения c_A^*, Бк/л, определяется по формуле (7), в котором $\tilde{c}_A = 0$ (см. ISO 11929).

Следовательно:

$$c_A^* = k_{1-\alpha}\, \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha}\, w\sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}}, \quad (8)$$

где $\alpha = 0{,}05$ при $k_{1-\alpha} = 1{,}65$ (значение, часто выбираемое по умолчанию).

9.6 Предел обнаружения

Предел обнаружения $c_A^\#$, Бк/л, может быть вычислен по формуле (9)

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta}\, \tilde{u}(c_A^\#) = c_A^* + k_{1-\beta}\sqrt{w^2\left[\frac{(c_A^\# / w + r_0)}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right] + c_A^{\#2}\, u_{rel}^2(w)}. \quad (9)$$

Предел обнаружения может быть вычислен по формуле (8) для $c_A^\#$ или более просто – путем итерации, используя начальное приближение $c_A^\# = 2\, c_A^*$, используя формулу (9).

$c_A^\#$ вычисляют при $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$:

$$c_A^\# = \frac{2c_A^* + (k^2 w) / t_g}{1 - k^2 u_{rel}^2(w)}. \quad (10)$$

Значения $\alpha = \beta = 0{,}05$ и $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = 1{,}65$ часто выбирают по умолчанию.

9.7 Пределы доверительного интервала

Нижний и верхний пределы доверительного интервала $c_A^\triangleleft$, $c_A^\triangleright$ вычисляют по формулам (11) и (12) (см. ISO 11929):

$$c_A^{\triangleleft} = c_A - k_p u(c_A); \quad p = \omega(1 - \frac{\gamma}{2}), \tag{11}$$

$$c_A^{\triangleright} = c_A + k_q u(c_A); \quad q = 1 - \frac{\omega\gamma}{2}, \tag{12}$$

где $\omega = \Phi\left[\frac{c_A}{u(c_A)}\right]$.

Φ – это функция распределения стандартного нормального распределения, а $1 - \gamma$ – вероятность того, что истинное значение c_A находится внутри доверительного интервала.

Если $c_A \geq 4\ u(c_A)$, ω принимается как 1. В этом случае

$$c_A^{\triangleleft\triangleright} = c_A \pm k_{1-\gamma/2}\ u(c_A). \tag{13}$$

Значения $\gamma = 0{,}05$ и $k_{1-\gamma/2} = 1{,}96$ часто выбирают по умолчанию.

10 Протокол испытаний

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

a) используемый метод испытаний с указанием настоящего стандарта;

b) информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

c) единицы, в которых выражены результаты;

d) исходную дату для определения объемной активности ^{210}Po; если исходная дата не является датой, когда проводилось осаждение полония, полученная объемная активность должна быть скорректирована с учетом равновесия между ^{210}Po, ^{210}Pb и ^{210}Bi;

e) результат испытания $c_A \pm u(c_A)$ или $c_A \pm U$ с указанием значения k.

Следующая информация может быть предоставлена в качестве дополнительной:

f) значения вероятностей α, β и $1 - \gamma$;

g) порог принятия решения и предел обнаружения;

h) дата осаждения полония и дата измерения;

i) в зависимости от пожелания заказчика имеются различные способы представления результата:

1) если объемная активность c_A сравнивается с порогом принятия решения (см. ISO 11929), результаты измерения должны быть выражены как $\leq c_A^*$, если результат меньше или равен порогу принятия решения;

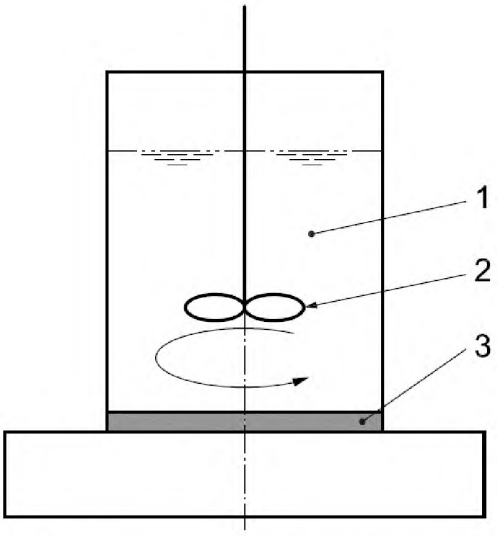
2) если объемная активность c_A сравнивается с пределом обнаружения, результат измерения может быть выражен как $\leq c_A^{\#}$, если результат меньше или равен пределу обнаружения.

Примечание – U рассчитывают как $k \cdot u(c_A)$, где $k = 1$ или 2.

В соответствии с ISO/IEC 17025 может предоставляться дополнительная информация, например по отбору проб (дата и т. д.).

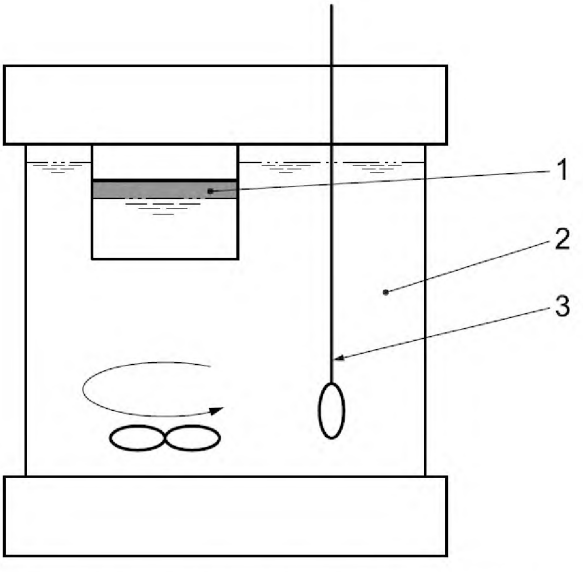
Приложение А
(справочное)

Примеры камеры для осаждения полония



1 – раствор; 2 – мешалка; 3 – металлический диск

Рисунок А.1 – Система осаждения полония при комнатной температуре

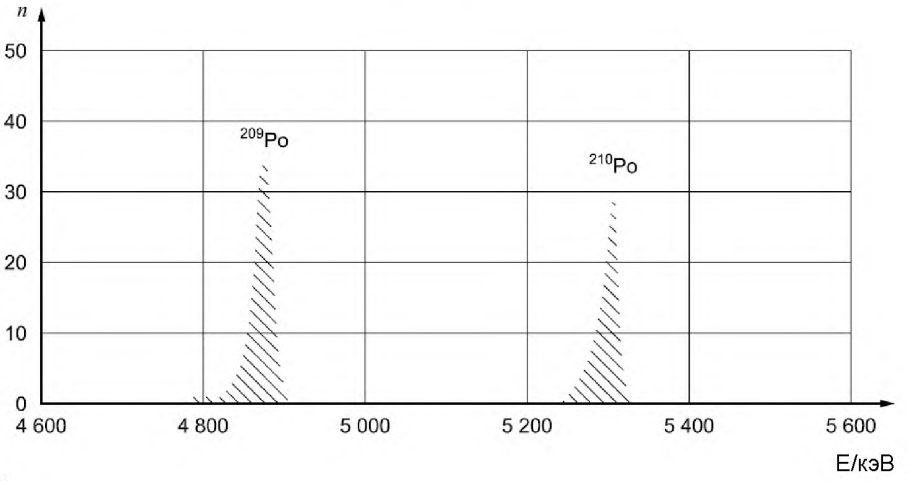


1 – металлический диск; 2 – раствор; 3 – термометр

Рисунок А.2 – Система осаждения полония при высокой температуре

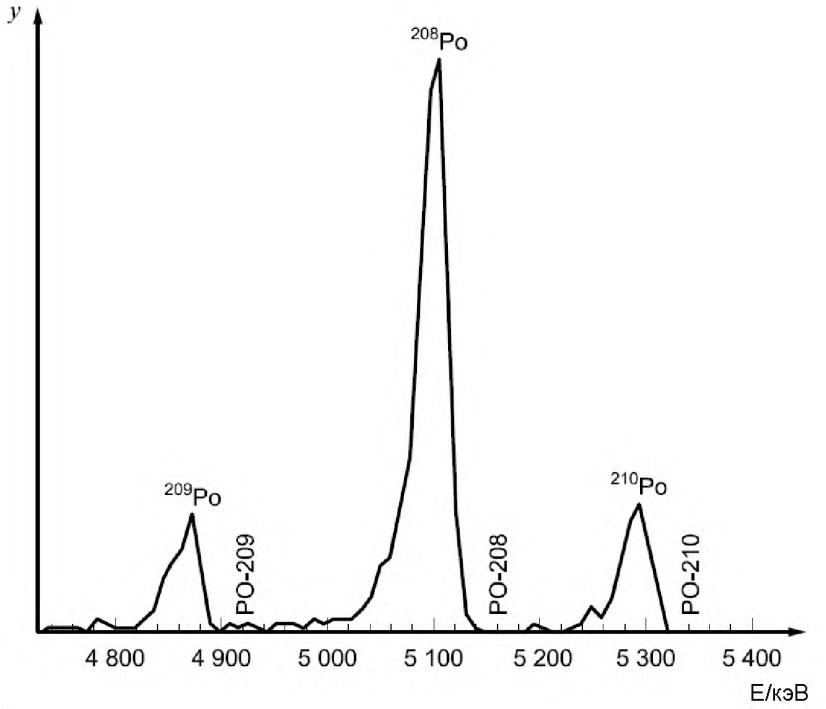
Приложение В
(справочное)

Примеры спектра



n – отсчеты;
E – энергия

Рисунок В.1 – Пример спектра, полученного с использованием полупроводникового детектора с ^{209}Po в качестве трассера (метки)



y – интенсивность;
E – энергия

Рисунок В.2 – Пример спектра, полученного с использованием ионизационной камеры с сеткой с ^{208}Po в качестве трассера (метки)

Библиография

[1] ISO 7870-1:2007 — Control charts – Part 1: General guidelines
(Карты контрольные. Часть 1. Общие руководящие указания)

[2] ISO 7870-2 — Control charts – Part 2: Shewhart control charts [1)]
(Карты контрольные. Часть 2. Карты контрольные Шухарта)

[3] ISO/TR 7871:1997 — Cumulative sum charts – Guidance on quality control and data analysis using CUSUM techniques
(Кумулятивные контрольные карты. Руководство по контролю качества и анализу данных с использованием методик CUSUM)

[4] NF M60-790-4 — Nuclear energy – Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 4: Methodology for soil samples dissolution
(Ядерная энергия. Измерение радиоактивности в окружающей среде. Почва. Часть 4. Методология приготовления растворов из образцов почвы)

[5] Po-01-RC — Polonium in water and urine. In: HASL-300, 28th Edition, Vol. I. New York, NY: Environmental Measurements Laboratory, US Department of Energy, 1997
(Полоний в воде и моче)

[6] Po-02-RC — Polonium in water, vegetation, soil and air filters: In: HASL-300, 28th Edition, Vol. I. New York, NY: Environmental Measurements Laboratory, US Department of Energy, 1997
(Полоний в воде, растительности, почве и воздушных фильтрах)

[7] Letho, J., Kelokaski, P., Vaaramaa, K., Jaakkola, T. Soluble and particle-bound ^{210}Po and ^{210}Pb in groundwaters. Radiochim. Acta 1999, 85, pp. 149 – 155
(Определение ^{210}Po и ^{210}Pb в грунтовых водах в растворимом виде и в взвесях)

[8] Figgins, P.E. The radiochemistry of polonium. Washington, DC: Subcommittee on Radiochemistry, National Academy of Sciences-National Research Council, 1961. 68 p. (NAS-NS Publication 3037)
(Радиохимия полония)

[9] Matthews, K.M., Kim, C.K., Martin, P. Determination of ^{210}Po in environmental materials – A review of analytical methodology. *Appl. Radiat Isot.* 2007, 65, pp. 267 – 279
(Определение ^{210}Po в объектах окружающей среды. Обзор аналитических методов)

[10] Harvey, B.R., Lovett, M.B. The use of yield tracers for the determination of alpha-emitting actinides in the marine environment. Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. 1984, 223, pp. 224 – 234
(Использование трассеров (меток) для определения химического выхода при измерении альфа-излучающих актинидов в морской среде)

[11] IP, LBNL-lund Collaboration. Isotope explorer, v. 3.0 β1 [Internet]. Brookhaven, NY: Brookhaven National Laboratory. Available (viewed 2011-03-08) at: gost.e-ecolog.ru
(Isotope explorer, v. 3.0 β1 [Интернет])

[12] Collé, R., lin, Z., sChima, F.J., hodge, P.a., Thomas, J.W.L., Hutchinson, J.M.R., Coursey, B.M. Preparation and calibration of carrier-free ^{209}Po solution standards. J. Res. Nat. Inst. Stand. Technol. 1995, 100, pp. 1 – 36
(Приготовление и калибровка растворов стандарта ^{209}Po без носителя)

[1)] Готовится к изданию.

[13] Hurtgen, C., Jerome, S.M., Woods, M.J. Revisiting Currie – How low can you go? Appl. Radiat. Isot. 2000, 53, pp. 45 – 50
(Насколько низкую концентрацию вы можете обнаружить?)

[14] Collé, R., Laureano-PereZ, L., Outola, I. A note on the half life of ^{209}Po. Appl. Radiat. Isot. 2007, 65, pp. 728 – 730
(Комментарий относительно периода полураспада ^{209}Po)

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 5667-3:2003 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды	IDT	СТБ ISO 5667-3-2012 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды
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

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 05.02.2013. Подписано в печать 11.03.2013. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная. Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,09 Уч.- изд. л. 0,95 Тираж 7 экз. Заказ 203

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