МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
И ПРОДОВОЛЬСТВИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
АГРОХИМИЧЕСКОГО ОБСЛУЖИВАНИЯ
СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА (ЦИНАО)

СОГЛАСОВАНО
Директор Центра метрологии
ионизирующих излучений
ГП ВНИИФТРИ Госстандарта
Российской Федерации
В.П. Ярына
16 января 1995 г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель министра сельского
хозяйства и продовольствия
А.Г.Ефремов
9 февраля 1995 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СТРОНЦИЯ-90 В ПОЧВАХ И РАСТЕНИЯХ РАДИОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Москва 1995

gost.e-ecolog.ru

В методических указаниях приведены методики отбора проб почвы и растений, их пробоподготовки к радиохимическому анализу, радиохимические методы определения ^{90}Sr. Изложены методики определения химического выхода стабильного стронция, а также определения химического выхода ^{90}Sr по его радиоактивной метке ^{85}Sr.

Кроме того в методических указаниях приведены способы приготовления эталонных препаратов ^{90}Sr с целью калибровки радиометрической аппаратуры.

При подготовке методических указаний нами использованы материалы ранее действующих методических указаний по определению содержания ^{90}Sr и ^{137}Cs в почвах и растениях [1], сборника "Инструкции и методические указания по оценке радиационной обстановки на загрязненной территории [2], методики экспрессного определения объемной и удельной активности бета-излучающих нуклидов в воде, продуктах питания, продукции растениеводства и животноводства методом "прямого" измерения "толстых" проб [3] и результаты оригинальной работы Якшина В.В., Вилковой О.М., Мясоедова Б.Ф. и др. [4].

Методические указания предназначены для специалистов Государственных центров и станций агрохимической службы Минсельхозпрода Российской Федерации, а также для других учреждений, занимающихся вопросами радиологического контроля объектов окружающей среды.

Методические указания подготовили: кандидат химических наук Орлов П.М., кандидат химических наук, доцент Кузнецов А.В., старший научный сотрудник Мулланурова Г.Р.

Содержание

1. Методы отбора проб почв и растений и подготовка их к анализу. 43
2. Радиохимические методы выделения ^{90}Y и ^{90}Sr. 49
2.1. Оксалатный метод выделения ^{90}Y. 49
2.2. Экспресс-метод определения ^{90}Sr. 58
3. Радиометрические измерения. 61
4. Обработка результатов. 66
5. Требования безопасности и квалификация персонала. 66
Приложение 1. Термины и определения. 67
Приложение 2. Определение чувствительности радиометра. 68
Приложение 3. 72
3.1. Паспорт пробы почвы. 72
3.2. Сопроводительный талон. 72
3.3. Этикетка 73
Литература. 74

1. Методы отбора проб почв и растений и подготовка их к анализу.

1.1. Общие положения.

По настоящей методике следует проводить отбор проб почвы и растений с целью радиологического контроля сельскохозяйственных угодий и растений в районах, подвергшихся радиоактивному загрязнению от аварий на АЭС и предприятиях ЯТЦ, а также при отборе проб на контрольных и реперных участках с целью радиологического контроля незагрязненных радионуклидами территорий.

Термины и определения, используемые в данной методике даны в приложении 1.

1.2. Оборудование и средства измерений.

1.2.1. Оборудование:

– печь муфельная лабораторная типа МП-24 по ТУ 10-531.098-67;

– лоток из нержавеющей стали;

– металлическое кольцо диаметром 140 мм и высотой 50 мм;

– пробоизмельчитель ПП-2 или почвенная мельница;

– сита почвенные, комплект;

– шкаф сушильный термостатируемый;

– лопата;

– фарфоровые чашки диаметром 140 мм.

1.2.2. Средства измерений:

– весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 5 кг Ш класса точности по ГОСТ 24104-88;

– измеритель мощности экспозиционной дозы гамма-излучения с измерением потока гамма-излучения в пределах от 0 до 10000 $с^{-1}$ и мощности экспозиционной дозы в пределах от 0 до 3000 мкР/час.

1.3. Методы отбора проб почв.

Отбор проб почв в соответствии с ОСТ 10 070-95.

1.4. Методы отбора проб растений.

1.4.1. Отбор проб растений с полей.

Пробы растений отбираются на тех же участка, что и пробы почвы. С посевов сельскохозяйственных культур следует брать пробы по диагонали или ломанной кривой.

Для получения объединенной пробы растений массой 1 кг натуральной влажности рекомендуется отбирать не менее 10 точечных проб.

Наземную часть травяного покрова срезают острым ножом

или ножницами на высоте 3-4 см над поверхностью почвы, не засоряя почвой укладывают на полиэтиленовую пленку или крафт-бумагу. Если нижняя часть растений загрязнена почвой, то в этом случае нужно срезать растение выше, либо тщательно отмыть их водой.

Объединенную пробу составляют либо из всего растения, либо раздельно — стеблей, листьев, плодов, зерна, корнеплодов. Объединенную пробу упаковывают в плотную бумагу и снабжают сопроводительным талоном (приложение 3). Номер растительного образца должен соответствовать номеру почвенного образца.

1.4.2. Отбор проб зерна.

1.4.2.1. Отбор проб зерна из автомобилей проводится механическим пробоотборником или вручную щупом. Из автомобилей с длиной кузова до 3,5 м точечные пробы зерна отбирают в 4 точках по схеме А, с длиной кузова от 3,5 до 4,5 м — в 6 точках по схеме Б, с длиной кузова более 4,5 м в 8 точках по схеме В. Пробы отбирают на расстоянии от 0,5 до 1 м от переднего и заднего бортов и на расстоянии 0,5 м от боковых бортов.

Схема А	Схема Б	Схема В
X X	X X X	X X X X
X X	X X X	X X X X

Механическим пробоотборником точечные пробы отбирают по всей глубине насыпи зерна. Ручным щупом точечные пробы отбирают из верхнего и нижнего слоев, касаясь щупом дна. В автопоездах точечные пробы отбирают из каждого кузова (прицепа).

Общая масса точечных проб по схеме А должна быть не менее 1 кг, по схеме Б — не менее 1,5 кг и по схеме В — не менее 2 кг.

Если общая масса будет менее указанной, то отбирают дополнительные пробы в тех же точках в среднем слое насыпи.

1.4.2.2. Отбор точечных проб при погрузке (выгрузке) зерна.

Точечные пробы при погрузке (выгрузке) зерна в вагоны, суда, склады и элеваторы отбирают из струи перемещаемого зерна в местах перепада механическим пробоотборником или специальным ковшом путем пересечения струи через равные промежутки времени в течение всего периода перемещения партии. Периодичность отбора точечных проб устанавливают в зависимости от скорости перемещения, а также состояния засоренности. Масса одной точечной пробы должна быть не менее 100 г.

1.4.2.3. Отбор точечных проб зерна из мешков.

Объем выборки точечных проб зерна зависит от количества мешков в партии и определяется в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1.

Объем выборки в зависимости от количества мешков в партии

Количество мешков в партии	Объем выборки
До 10 включительно	Из каждого второго мешка
От 10 до 100 включительно	Из пяти мешков плюс 5% от количества мешков в партии
Более 100	Из 10 мешков плюс 2,5% от количества мешков в партии

Из зашитых мешков точечные пробы отбирают мешочным щупом в трех доступных точках мешка. Общая масса точечных проб должна быть не менее 2 кг.

1.4.2.4. Составление объединенной пробы.

Объединенную пробу получают как совокупность точечных проб. Все точечные пробы ссыпают в чистую тару, исключающую изменения качества зерна.

При использовании механического пробоотборника при отборе проб из автомобилей точечные пробы смешиваются в процессе отбора и образуется объединенная проба.

В тару с объединенной пробой вкладывают этикетку (приложение 3).

1.4.2.5. Формирование среднесуточной пробы при доставке зерна автомобильным транспортом.

При поступлении зерна от одного колхоза, совхоза или фермерского хозяйства в течение суток несколько однородных партий зерна, а также кукурузы в початках формируют среднесуточную пробу.

Среднесуточную пробу формируют на делителе из объединенных проб, отобранных с каждого автомобиля из расчета 50 г на каждую тонну доставленного зерна.

Среднесуточную пробу хранят в чистой герметичной емкости, на которой должны быть указаны: наименование хозяйства, номер бригады, культура, сорт, дата. Общая масса точечных проб первого автомобиля во всех случаях должна быть не менее 2 кг и полностью использоваться для формирования среднесуточной пробы.

1.4.2.6. Выделение средней пробы.

Масса средней пробы должна быть 2,0 ± 0,1 кг. Если масса объединенной пробы не более 2,0 + 0,1 кг, то она одновременно является и средней пробой. Если масса объединенной или среднесуточной пробы превышает указанную величину, то выделение средней пробы проводят на делителе, а при отсутствии делителя, вручную.

Для этого объединенную пробу высыпают на стол с гладкой поверхностью, распределяют зерно в виде квадрата и смешивают его при помощи двух коротких деревянных планок со скошенным ребром. Смешивание проводят так, чтобы зерно, захваченное с противоположных сторон квадрата на планке в правой и левой руках, ссыпалось в середину одновременно, образуя после нескольких перемешиваний валик. Затем зерно захватывают с концов валика и одновременно с обеих планок ссыпают в середину. Такое перемешивание проводят три раза. После трехкратного перемешивания объединенную пробу снова распределяют ровным слоем в виде квадрата и планкой делят по диагоналям на 4 треугольника. Из двух противоположных треугольников зерно удаляют, а в двух оставшихся собирают вместе, перемещивают указанным способом и вновь делят на 4 треугольника, из которых 2 делят до тех пор, пока в двух треугольниках не будет 2,0±0,1 кг зерна, которое и составит среднюю пробу.

1.4.3. Отбор проб корнеплодов, клубнеплодов и картофеля.

Пробы клубнеплодов и корнеплодов отбирают из буртов, насыпей, куч, автомашин, прицепов, вагонов, барж, хранилищ и т.д.

Точечные пробы отбирают по диагонали боковой поверхности бурта, насыпи, кучи или средней линии кузова машины, прицепа, вагона, баржи и т.д. через равные расстояния на глубине 20-30 см. Клубни и корнеплоды берут в трех точках подряд (без выбора) вручную.

Каждая точечная проба должна быть массой примерно 1-1,5 кг.

Объединяя точечные пробы, получают объединенную пробу.

Среднюю пробу для анализа выделяют из объединенной, масса ее должна быть не менее 2 кг. Для этого объединенную пробу сортируют по величине на 3 группы: крупные, средние и мелкие. От каждой группы отбирают 20% корнеплодов, объединяют их, затаривают, снабжают этикеткой и направляют в лабораторию (приложение 3).

1.4.4. Отбор проб травы и зеленой массы сельскохозяйственных культур.

Пробы травы с пастбищ и сенокосных угодий отбирают непосредственно перед выпасом животных или скашиванием на корм. Для чего на выбранном для отбора проб участке выделяют 8-10 учетных площадок размером 1 или 2 м^2, располагая их по диагонали участка. Травостой скашивают (срезают) на высоте 1-3 см.

От зеленой массы, доставленной на фермы для непосредст-

венного скармливания животным или для приготовления силоса, сенажа, искусственно высушенных кормов, точечные пробы берут вручную не менее чем из 10 разных мест порциями 400-500 г.

Полученную со всех точечных проб или учетных площадок зеленую массу собирают на полог, тщательно перемешивают и распределяют ровным слоем, получая таким образом объединенную пробу.

Из объединенной пробы зеленой массы отбирают среднюю пробу для анализа. Для составления средней пробы, масса которой должна быть 1,5-2 кг, траву берут порциями из 10 различных мест.

1.4.5. Отбор проб грубых кормов.

Точечные пробы из партий сена или соломы, хранящихся в скирдах, стогах, отбирают по периметру на равных расстояниях друг от друга на высоте 1,0-1,5 м от поверхности земли со всех доступных сторон с глубины не менее 0,5 м.

Из точечных проб составляют объединенную пробу массой не менее 2 кг. Для этого точечные пробы складывают тонким слоем (3-4 см) на брезенте или пленке и осторожно перемешивают не допуская ломки растений и образования трухи.

Из объединенной пробы сена отбирают среднюю пробу для анализа. Для этого не менее чем из 10 различных мест по всей площади и толщине слоя отбирают пучки сена массой 60-120 г. Отобранную среднюю пробу массой не менее 1 кг упаковывают в плотную бумагу или полиэтиленовый пакет, туда же помещают этикетку (приложение 3).

1.4.6. Отбор проб других видов продукции растениеводства.

Методы отбора проб других видов растениеводства, не упомянутых в настоящих методических указаниях, аналогичны описанным. Так, например, методы отбора всех видов круп, бобовых, семян аналогичны методам отбора зерна. Яблоки, помидоры, баклажаны и т.п. отбирают согласно методам отбора корнеплодов.

Из небольших партий продукции (ягоды, зелень и т.п.) точечные пробы берутся в 4-5 местах. Объединенная проба по массе и объему не должна превышать трехкратного количества необходимого для анализа.

1.5. Подготовка проб почв и растений к радиохимическому анализу.

1.5.1. Подготовка проб почв, отобранных на непахотных сельскохозяйственных угодиях.

Из 5 колец, отобранных на непахотных сельскохозяйственных угодиях, для радиохимического анализа выбирается проба

наиболее близкая по суммарной бета-активности или содержанию ^{137}Cs к среднему значению. Пробу вынимают из кольца, взвешивают целиком с растительным покровом, высушивают до воздушно-сухого состояния и снова взвешивают. Пробу прокаливают целиком при температуре 550°С в течение 6-8 часов до полного удаления органического вещества. Периодически пробу вынимают из печи и перемешивают. Прокаленную почву взвешивают и определяют коэффициент озоления. Методом квартования отбирают 3 навески массой 100 г. При анализе проб почвы контрольных и реперных участков, находящихся на незагрязненной территории, отбирают 1 навеску массой 200 г.

Измеряют бета-активность отобранных проб. Проба считается хорошо гомогенизированной, если результаты измерений суммарной бета-активности не различаются более, чем в 1,5 раза от среднего значения. Если различия превышают указанную величину, то повторяют перемешивание и квартование.

Для радиохимического анализа отбирают навеску 50-100 г при анализе почвы загрязненной территории и 200 г — для незагрязненной территории.

1.5.2. Подготовка проб почв, отобранных на пахотных сельскохозяйственных угодиях.

Объединенную пробу массой 2 кг высушивают до воздушно-сухого состояния, взвешивают, измельчают на мельнице и просеивают через сито диаметром отверстий 2 мм.

Методом квартования отбирают 3 навески массой 50-100 г. При анализе проб контрольных и реперных участков, находящихся на незагрязненной территории, отбирают 1 навеску массой 200 г. Измеряют суммарную бета-активность. Если результаты измерений различаются более, чем в 1,5 раза от среднего значения, то повторяют перемешивание и квартование до получения хорошо гомогенизированной пробы, удовлетворяющей указанному условию.

Для озоления берут навеску, суммарная бета-активность которой наиболее близка к среднему значению. Озоление проводят при температуре 550°С в течение 6 часов. Озоленная таким образом проба поступает на радиохимический анализ.

1.5.4. Подготовка проб растений.

Среднюю пробу продукции растениеводства измельчают и отбирают навеску массой 200 г методом квартования. Отобранную пробу озоляют в лотке из нержавеющей стали, сначала при температуре 200°С, а затем при температуре 550°С до получения постоянной массы золы.

Второе озоление, так называемой "белой золы" проводят в

фарфоровой чашке при температуре 600°С. Вся операция озоления может длиться несколько суток.

Полученную золу взвешивают. Коэффициент озоления (отношение массы "белой золы" к массе воздушно-сухой пробы растения) записывают в журнал. Полученная зола поступает на радиохимический анализ.

2. Радиохимические методы выделения ^{90}Y и ^{90}Sr.

2.1. Оксалатный метод выделения ^{90}Y.

2.1.1. Сущность метода.

Метод основан на переводе в раствор ^{90}Sr путем обработки озоленной почвы или золы растения раствором 6 моль/дм ^{3} HCl при нагревании.

Радиохимическое выделение радиохимически чистого ^{90}Y осуществляется путем последовательного проведения следующих химических операций:

– введение фиксированного количества носителя стабильного стронция с целью определения его химического выхода на конечной стадии выделения;

– оксалатного осаждения стронция, иттрия и редкоземельных элементов при pH = 4. На этой стадии происходит отделение стронция, иттрия и редкоземельных элементов от цезия и других щелочных металлов, железа, алюминия, магния;

– прокаливанием осадка оксалатов добиваются перевода оксалатов стронция и иттрия в оксиды металлов;

– обработка прокаленного осадка соляной кислотой переводит стронций и иттрий в раствор;

– отделение стронция от иттрия и мешающих бета-излучающих радионуклидов осуществляется путем соосаждения последних на гидроксиде железа. При этом стронций остается в растворе. Используемая на этой стадии анализа перекись водорода необходима для перевода железа в степень окисления +3, а марганца +4. Таким образом, при соосаждении с гидроксидом железа происходит разделение изотопов ^{90}Y и ^{90}Sr. С этого момента весь образовавшийся ^{90}Y будет являться продуктом распада ^{90}Sr. По истечение пяти периодов полураспада ^{90}Y (14 дней) наступает вековое равновесие т.е. активность дочернего изотопа будет равнятся активности материнского. В результате чего, становится возможным определение ^{90}Sr по его дочернему ^{90}Y.

Дальнейшие радиохимические операции гидроксидной очистки и оксалатного осаждения иттрия выполняют задачу получения ^{90}Y в радиохимически чистом состоянии на мишени, при-

годной для бета-радиометрии.

С целью учета при проведении химических операций предусмотрен контроль за химическим выходом стабильного иттрия и его определение на конечной стадии анализа.

При анализе образцов, содержащих "свежие выпадения" необходима дополнительная очистка от ^{140}Ba. Эта задача решается путем осаждения хромата бария в кислой среде, при этом стронций остается в растворе. Спустя 4 месяца после радиоактивного загрязнения (момента "Д") необходимсть в очистке отпадает из-за физического распада ^{140}Ba.

Расчет содержания ^{90}Sr в анализируемых образцах проводят по формуле:

$$A_{m_{Sr}} = \frac{A}{W_{Sr} \cdot W_Y \cdot m}, \quad (1)$$

где $A_{m_{Sr}}$ — удельная активность ^{90}Sr в анализируемом образце, Бк/кг;

A — активность ^{90}Y в счетном образце по п. 3.6.5. или 3.6.6.;

W_{Sr} -химический выход стронция по п.2.1.4.2.;

W_Y – химический выход иттрия по п.2.1.3.9;

m — масса анализируемого образца в воздушно-сухом состоянии, кг.

2.1.2. Средства измерений, оборудование, посуда, реактивы.

Средства измерений:

– пламенный фотометр типа ПАЖ-1 или атомно-абсорбционный спектрофотометр типа АА — 1;

– весы лабораторные по ГОСТ 2408-84, погрешность взвешивания 0,2 мг, 2 класс точности;

– весы лабораторные технические типа ВЛТК-500.

Оборудование:

– шкаф сушильный термостатируемый;

– печь муфельная лабораторная типа МП-24 по ТУ 10-531.098-67;

– электроплитка с температурой нагрева не менее 120°С по ГОСТ 14913-33Е ;

– лампа инфракрасная типа ДРЛ-50;

– эксикатор по ГОСТ 6709-72;

– шланги вакуумные с внутренним диаметром 6 мм;

– бумага фильтровальная "белая, синяя и красная лента";

– индикаторная бумага pH = 1-14.

Посуда:

посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770-74 вместимо-

стью;

– пипетки 1, 5 и 10 $см^3$;

– колбы 50, 100, 250, 500 и 1000 $см^3$;

– цилиндры 25, 100 и 500 $см^3$;

посуда стеклянная термостойкая:

– стаканы по ГОСТ 25336-82 вместимостью 100, 200, 500 и 1000 $см^3$;

– колбы конические по ГОСТ 1770-74 местимостью 500 и 1000 $см^3$;

– колбы круглые плоскодонные, широкогорлые по ГОСТ 1770-74 вместимостью 500, 1000 и 2000 $см^3$

– воронки по ГОСТ 25336-82Е диаметром 10 и 15 см;

– посуда фарфоровая по ГОСТ 9147-73;

– чашки выпаривательные диаметром 15 и 20 см;

– тигли вместимостью 100 и 200 $см^3$;

– воронка Бюхнера диаметром 10 и 15 см;

– ступка с пестиком.

Реактивы:

– кислота соляная по ГОСТ 3118-77, хч;

– раствор соляной кислоты концентрации 6 моль/$дм^3$ готовят: 545 $см^3$ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,17 г/$см^3$ в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавляют дистиллированной водой до метки;

– раствор соляной кислоты концентрации 2 моль/$дм^3$ готовят: 182 $м^3$ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,17 г/$см^3$ в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавляют дистиллированной водой до метки;

– раствор соляной кислоты концентрации 0,3 моль/$дм^3$ готовят: 27,3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,17 г/$см^3$ в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавляют дистиллированной водой до метки;

– раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$ готовят: 9,1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,17 г/$см^3$ в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавляют дистиллированной водой до метки;

– кислота щавелевая по ГОСТ 22180-76, хч;

– гидроксид аммония по ГОСТ 3760-79, чда;

– аммоний углекислый по ГОСТ 3770-75, хч;

– аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712-78, чда;

– барий хлористый по ГОСТ 4108-65, хч;

– вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

– водорода перекись по ГОСТ 10929-76, хч;

– железо хлорное -6-водное по ГОСТ 4147-74, чда;

– иттрий азотнокислый 6-водный, готовят прокаливанием азотнокислого иттрия при температуре 700°С в течение 1 часа;

– спирт этиловый ректификованный по ТУ 6-09-1710-77, хч;

– стронций азотнокислый по ГОСТ 5429-74, чда;

– аммоний уксуснокислый (ацетат) по ГОСТ 3117-78, чда;

– образцовый радиоактивный раствор $^{90}Sr+^{90}Y$ по ТУ 4-170-71;

– кислота азотная по ГОСТ 4451-77, хч;

– раствор азотной кислоты концентрации 0,3 моль/дм^3 готовят: 21,7 см^3 концентрированной азотной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 см^3 разбавляют дистиллированной водой до метки.

Приготовление титрованных растворов:

– титрованный раствор, содержащий 50 мг стронция (II) в 1 см^3 готовят: 30,202 г соли азотнокислого стронция растворяют в мерной колбе вместимостью 250 см^3 при добавлении 5 см^3 6 моль/дм^3 соляной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой ;

– титрованный раствор, содержащий 50 мг иттрия в 1 см^3 готовят: 25,0 г окиси иттрия растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 растворяют в соляной кислоте концентрации 6 моль/дм^3 и доводят дистиллированной водой до метки.

2.1.3. Ход анализа.

2.1.3.1. Извлечение ^{90}Sr из озоленной почвы или золы растений:

– навеску озоленной почвы массой 50-100 г (при обследовании загрязненной территории) или 200 г (при работе с образцами почв, отобранных на контрольных или реперных участках), или золы растений, соответствующей массе растения, взятой при пробоподготовке, помещают в широкогорлую коническую термостойкую колбу вместимостью 1 дм^3 ;

– вносят 5 см^3 титрованного раствора стронция (II) с титром 50 г/см^3;

– навеску заливают 200 см^3 6 моль/дм^3 раствора HCl и кипятят в течение 30 мин. на плитке с закрытой спиралью, накрыв колбу часовым стеклом;

– отстоявшийся раствор фильтруют через фильтр "белая лента" на воронке Бюхнера (только декантат), фильтр сохраняют;

– к остатку вновь приливают 200 см^3 6 моль/дм^3 HCl и ки-

пятят 30 мин;

– суспензию фильтруют на воронке Бюхнера, нерастворяющийся осадок промывают горячей дистиллированной водой (200-300 см^3) и отбрасывают;

– полученный фильтрат объединяют с первым.

2.1.3.2. Оксалатное осаждение:

– в фильтрат вносят 40-50 г аммония щавелевокислого (оксалата) и нагревают до кипения, затем нагрев прекращают и раствор нейтрализуют гидроксидом аммония до pH = 4. Кислотность контролируют при помощи индикаторной бумаги. В течение 1 часа при подогреве дают сформироваться осадку оксалатов. Полноту осаждения проверяют добавлением в верхнюю часть надосадочной жидкости 1-2 см^3 насыщенного раствора щавелевой кислоты. Если при этом не наблюдается помутнение раствора, то осаждение оксалатов проведено нацело;

– раствор с осадком, не охлаждая, фильтруют через бумажный фильтр "белая лента". Осадок на фильтре промывают 2-3 раза 2%-ным раствором щавелевой кислоты;

– осадок на фильтре растворяют в 100 см^3 6 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, собирая раствор в стакан вместимостью 800 см^3, промывают фильтр горячим раствором 2 моль/дм^3 HCl и проводят повторное осаждение оксалатов, нейтрализуя раствор аммиаком до pH = 4;

– осадок оксалатов отфильтровывают, промывают дистиллированной водой, фильтрат отбрасывают.

2.1.3.3. Перевод оксалатов в оксиды:

– фильтр с осадком переносят в тигель или фарфоровую чашку, подсушивают на электроплитке и затем помещают в муфельную печь. Осадок прокаливают при температуре 700°C в течение 1 часа;

– прокаленный осадок охлаждают и количественно переносят в термостойкий стакан вместимостью 500 см^3 и осторожно приливают 50 см^3 6 моль/дм^3 HCl, растворяя оксиды;

– раствор фильтруют, осадок на фильтре промывают 2 моль/дм^3 HCl и фильтр с нерастворившимся осадком отбрасывают.

2.1.3.4. Гидроксидная очистка с разделением ^{90}Sr от ^{90}Y:

– фильтрат разбавляют водой до объема 200 см^3 и доводят до кипения. В горячий раствор вносят приблизительно 50 мг соли хлорида железа. Небольшими порциями вносят очищенный от углекислого газа гидроксид аммония до образования осадка гидроксида железа (pH = 8-9). Кислотность контролируют при по-

мощи индикаторной бумаги;

– к раствору с осадком добавляют 10 см^3 30%-ного раствора перекиси водорода. Раствор нагревают, доводят до кипения и кипятят в течение 10-15 минут, добавляют еще 5 см^3 перекиси водорода и вновь подогревают в течение 10 минут. Контролируют кислотность с помощью индикаторной бумаги (pH = 8-9), при необходимости корректируют pH аммиаком;

– осадок быстро фильтруют на воронке Бюхнера под вакуумом через бумажный фильтр "красная лента", 2 раза промывают горячим раствором хлорида аммония с массовой долей 1%, предварительно добавив в него 2-3 капли гидроксида аммония. Осадок отбрасывают.

Время окончания первой промывки фиксируют в рабочем журнале с точностью до 1 часа, для отсчета 14 суток для накопления ^{90}Y.

2.1.3.5. Осаждение карбонатов:

– фильтрат кипятят для окончательного удаления перекиси водорода в течение 20 минут, и в щелочной среде (pH = 8-9) осаждают карбонаты щелочноземельных элементов путем добавления насыщенного раствора углекислого аммония. При отсутствии углекислого аммония допускается использование углекислого натрия. Добавлением 1-2 капель насыщенного раствора карбоната аммония проверяют полноту осаждения;

– осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом через бумажный фильтр "синяя лента", промывают водой, фильтрат отбрасывают.

2.1.3.6. Осаждение хромата бария.

Данный пункт выполняется при наличии в анализируемом образце ^{140}Ba, спустя 4 месяца после радиоактивного загрязнения необходимость проведения данной операции отпадает. В этом случае при анализе следует сразу переходить от п.2.1.3.5. к п. 2.1.3.7.

– осадок карбонатов растворяют в минимальном объеме 6 моль/дм^3 HCl. Раствор разбавляют водой до 50 см^3, прибавляют раствор $BaCl_2$ (17,8 мг $BaCl_2 \cdot 2\ H_2O$ в 10 см^3 воды), каплю индикатора метилоранжевого и нейтрализуют разбавленным 1:1 раствором гидроксида аммония до изменения окраски. Избыток гидроксида аммония нейтрализуют раствором 2 моль/дм^3 HCl и прибавляют 1 лишнюю каплю кислоты. Далее прибавляют равный объем раствора ацетата аммония с массовой долей ацетата аммония 30%. Нагревают до температуры 90°C и прибавляют 1 см^3 раствора бихромата аммония с массовой долей 10%, поме-

шивая смесь стеклянной палочкой. После охлаждения осадок отфильтровывают через бумажный фильтр "синяя лента" и промывают 10 $см^3$ раствора ацетата аммония с массовой долей ацетата аммония 0,5%. Осадок отбрасывают.

– фильтрат нагревают и повторяют осаждение хромата бария. В фильтрат вносят 17,8 мг $BaCl_2 \cdot 2\ H_2O$, растворенных в 10 $см^3$ воды и добавляют 1 $см^3$ раствора бихромата аммония с массовой долей 10%. Осадок отфильтровывают, промывают и отбрасывают;

– к фильтрату добавляют гидроксид аммония до щелочной реакции (pH = 8-9 по индикаторной бумаге), нагревают почти до кипения и осаждают карбонаты, добавлением насыщенного раствора углекислого аммония. Добавлением 1-2 капель насыщенного раствора углекислого аммония проверяют полноту осаждения карбонатов. Затем осадок с раствором кипятят в течение 20-30 минут. При отсутствии карбоната аммония допускается использование карбоната натрия;

– осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом через бумажный фильтр "синяя лента", промывают водой, фильтрат отбрасывают.

2.1.3.7. Перевод ^{90}Sr в раствор для накопления ^{90}Y.

– осадок на фильтре растворяют в 20 $см^3$ 6 моль/$дм^3$ HCl, раствор количественно переносят в мерную колбу, вместимостью 50 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают (15 опрокидываний при закрытой пробке), отбирают аликвоту 1 $см^3$, переносят ее во вторую мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют водой до метки. Во второй колбе определяют общее содержание стронция (в соответствии с разделом 2.1.4.).

2.1.3.8. Выделение ^{90}Y в виде оксалата иттрия:

– через 14 суток раствор из колбы переносят в термостойкий стакан, кипятят 20-30 минут для удаления CO_2 и осаждают гидроксид иттрия очищенным от карбонат-иона гидроксидом аммония. Время отделения ^{90}Y от ^{90}Sr записывают в журнал с точностью до 10 минут. Фильтрат целесообразно сохранять до конца анализа;

– осадок на фильтре растворяют в 10-15 $см^3$ 2 моль/$см^3$ HCl, в раствор вносят 0,1 $см^3$ раствора стабильного стронция (10 мг) и повторяют осаждение иттрия аммиаком;

– осадок отфильтровывают через фильтр "синяя лента". Фильтр отбрасывают;

– осадок на фильтре растворяют в минимальном количестве

0,3 моль/дм^3 HCl, добавляя порциями по 2 см^3, ею же промывают 2 раза бумажный фильтр;

– нагревают раствор до кипения и вносят равный по объему насыщенный раствор щавелевой кислоты;

– при необходимости корректируют кислотность гидроксидом аммония;

– осадок оксалата иттрия фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента", промывают небольшим количеством горячей воды, фильтр отбрасывают;

2.1.3.9. Получение оксида иттрия:

– фильтр с осадком осторожно переносят в предварительно взвешенный и доведенный до постоянного веса фарфоровый тигель, подсушивают на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при температуре 700-800°С;

– охлаждают тигель в эксикаторе до комнатной температуры, взвешивают, рассчитывают химический выход иттрия по формуле:

$$W_Y = \frac{m}{50}, \qquad (2)$$

где W_Y — химический выход иттрия;

m — масса оксида иттрия, мг.

2.1.3.10. Приготовление счетного образца:

– этиловым спиртом переносят осадок на алюминиевую подложку, осадок на подложке осторожно выравнивают стеклянной палочкой, добавляя по каплям ректификованный этиловый спирт, сушат под инфракрасной лампой. Подготовленный таким образом препарат поступает на радиометрию.

2.1.4. Определение химического выхода стабильного стронция.

Определение стронция в растворе осуществляется по атомно-резонансной полосе поглощения с длиной волны 460,7 нм (атомно-абсорбционным методом) или по молекулярной полосе поглощения 670 нм (пламенной фотометрией). На пламенном фотометре стронций, как правило, определяют с помощью литиевого светофильтра, пропускающего свет с длиной волны 670 нм.

2.1.4.1. Подготовка к анализу.

Метод определения стронция в растворе с помощью атомной адсорбции или пламенной фотометрии является относительным. Поэтому, для того чтобы узнать концентрацию стронция в растворе, необходимо предварительно прокалибровать шкалу прибора, путем измерения серии растворов с известной концен-

трацией стронция. С этой целью готовят серию растворов сравнения. Диапазон градуировочных концентраций должен охватывать интервал, в котором находится искомая концентрация стронция.

При химическом выходе стронция равным 100% концентрация стронция в растворе, взятом для определения химического выхода (см. п. 2.1.3.7.), составляет 0,1 мг/см^3.

Для приготовления исходного раствора указанной концентрации следует взять 118 мг азотнокислого стронция и растворить в 100 см^3 2 моль/дм^3 раствора азотной кислоты в мерной колбе вместимостью 500 см^3, а затем довести объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешать.

Используя этот рабочий раствор, готовят серию эталонных растворов для калибровки.

В семь мерных колб емкостью 100 см^3 вносят исходный рабочий раствор в соответствии с таблицей 2. Объемы растворов в колбах доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Данные для приготовления эталонных растворов.

Показатели	Номера колб						
	1	2	3	4	5	6	7
Объем исходного раствора	100	80	60	40	20	10	5
Концентрация мг/см^3	0,1	0,08	0,06	0,04	0,02	0,01	0,005

При анализе почв, содержащих более 20 мг-экв. Са на 100 г почвы, в исходный раствор целесообразно внести Са (II) в количестве, соответствующем его среднему содержанию в анализируемых пробах.

2.1.4.2. Ход анализа.

В соответствии с инструкцией по работе на пламенном фотометре или на атомно-абсорбционном спектрофотометре проводят фотометрирование приготовленных эталонных растворов. По данным измерений строят калибровочный график в системе координат показания прибора — концентрация стронция в растворе.

Затем при тех же установочных параметрах проводят измерение реальных анализируемых растворов с неизвестной концентрацией стронция. Предварительно перед измерением каждого нового раствора проверяют установочный ноль, путем пропускания через эжектор дистиллированной водой. По показаниям прибора и градуировочному графику находят концентрацию

стронция.

Химический выход стабильного стронция рассчитывают по соотношению:

$$W_{Sr} = C_x/0{,}1, \qquad (3)$$

где W_{Sr} — химический выход стабильного стронция;

C_x — концентрация стронция в анализируемом растворе, мг/см^3.

2.2. Экспресс-метод определения ^{90}Sr.

2.2.1. Сущность метода.

Экспресс-метод выделения ^{90}Sr основан на извлечении стронция из озоленных почв и золы растений 6 моль/дм^3 азотной кислотой, селективной экстракции стронция хлороформенным раствором дициклогексил-18-краун-6 из 4 моль/дм^3 азотной кислоты с последующей доочисткой от ^{137}Cs и солеобразующих примесей 2 моль/дм^3 азотной кислотой, реэкстракцией горячей водой и осаждением углекислого стронция.

Определение ^{90}Sr проводится путем измерения радиоактивности тонкослойного счетного образца на бета-радиометре.

Расчет содержания ^{90}Sr проводится по формуле:

$$A_{w_{Sr}} = \frac{A}{W_{Sr} \cdot m}, \qquad (4)$$

где $A_{w_{Sr}}$ — удельная активность анализируемого образца в воздушно-сухом состоянии, Бк/кг;

A — активность ^{90}Sr в счетном образце, Бк по п. 3.6.5 или 3.6.6;

$W_{Sr} = 0{,}95$ — химический выход стронция;

m — масса анализируемого образца в воздушно-сухом состоянии, кг.

2.2.2. Область применения.

Экспресс-метод применим для всех типов почв и видов растений. Метод не обеспечивает разделение ^{90}Sr от ^{140}Ba и не применим при анализе почв и растений, загрязненных свежими выпадениями. Методика также не предусматривает разделение ^{89}Sr и ^{90}Sr.

Так как время жизни ^{140}Ba составляет 128 дней, а время жизни ^{89}Sr — 520 дней (10 периодов полураспада), то использование экспресс-методики возможно спустя 4 месяца после радиоактивного загрязнения (момента "Д"). При этом за период времени 130-520 дней по данной методике определяется суммарная бета-активность изотопов ^{89}Sr и ^{90}Sr. Спустя 520 дней возможно определение ^{90}Sr.

2.2.3. Средства измерений, оборудование, посуда, реактивы.

Средства измерений:

– низкофоновый бета-радиометр (с защитным домиком типа РУБ-01ПЗ, УМФ-1500М, КРК-01А);

– весы лабораторные по ГОСТ 2408-84, погрешность взвешивания 0,2 мг, 2 класса точности;

– весы лабораторные технические типа ВЛТК-500;

– контрольные источники $^{90}Sr + {}^{90}Y$.

Оборудование:

– электроплитка с температурой нагрева не менее 120°С;

– насос водоструйный по ГОСТ 6709-72;

– шланги вакуумные с внутренним диаметром 6 мм;

– бумага фильтровальная "белая и красная лента".

Посуда:

посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

– пипетки 1 и 10 $см^3$;

– колбы 100 и 1000 $см^3$;

– цилиндры 100 и 500 $см^3$.

посуда стеклянная термостойкая:

– стаканы по ГОСТ 25336-82 вместимостью 250 и 500 $см^3$;

– воронки делительные вместимостью 200 и 500 $см^3$.

Реактивы:

кислота азотная по ГОСТ 4451-77, хч;

– раствор азотной кислоты концентрации 6 моль/$дм^3$ готовят: 433 $см^3$ концентрированной азотной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавляют дистиллированной водой до метки;

– раствор азотной кислоты концентрации 4 моль/$дм^3$ готовят: 289 $см^3$ концентрированной азотной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавляют дистиллированной водой до метки;

– раствор азотной кислоты концентрации 2 моль/$дм^3$ готовят: 145 $см^3$ концентрированной азотной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ разбавляют дистиллированной водой до метки;

– аммиак водный по ГОСТ 3760-79, чда;

– натрий углекислый-10-водный по ГОСТ 8476, чда;

– стронций азотнокислый по ГОСТ 5429-76, чда;

– дициклогексил-18-краун-6 по ТУ 6-022722-85, ч;

– раствор дициклогексил- 18-краун-6 в хлороформе с массовой долей 5% готовят: 50 г дициклогексил-18-краун-6 раство-

ряют в 950 г хлороформа;

– хлороформ;

– азотнокислый раствор ^{85}Sr (для определения химического выхода).

2.2.4. Ход анализа.

2.2.4.1. Извлечение ^{90}Sr из озоленной почвы или золы растений:

– навеску озоленной пробы почвы (50 г) или золы растений, соответствующей массе растения, взятой при пробоподготовке, помещают в широкогорлую посуду (термостойкая коническая колба или стакан) вместимостью 500 см^3. Навеску заливают 50 см^3 6 моль/дм^3 раствора азотной кислоты и кипятят в течение 30 минут, накрыв колбу часовым стеклом;

– остывший и отстоявшийся раствор фильтруют через бумажный фильтр "белая лента" на воронке Бюхнера (только декантат). Фильтрат сохраняют;

– к остатку вновь приливают 50 см^3 6 моль/дм^3 раствора азотной кислоты и кипятят в течение 30 минут, накрыв колбу часовым стеклом;

– остывший раствор вместе с остатком, фильтруют через фильтр на воронке Бюхнера. Нерастворившийся остаток промывают на фильтре 60 см^3 горячей дистиллированной водой. Остаток отбрасывают. Полученный фильтрат объединяют с первым. Общий объем фильтрата должен быть 150-160 см^3.

2.2.4.2. Экстракция ^{90}Sr:

– полученный азотнокислый раствор помещают в делительную воронку вместимостью 500 см^3 и приливают 50 см^3 хлороформа, перемешивают в течение 1-2 минут, разделяют фазы. К азотнокислому раствору вновь прибавляют 50 см^3 хлороформа и повторяют операции перемешивания и разделения фаз;

– к азотнокислому раствору, находящемуся в делительной воронке, приливают 25 см^3 раствора дициклогексил-18-краун-6 в хлороформе и перемешивают в течение 1 минуты. Фазы разделяют и записывают время разделения с точностью до 10 минут;

– хлороформенную фазу переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3 и добавляют 20 см^3 раствора 2 моль/дм^3 азотной кислоты, перемешивают в течение 2-3 минут и разделяют фазы. К хлороформенной фазе вновь приливают 20 см^3 2 моль/дм^3 азотной кислоты и повторяют перемешивание и разделение фаз.

2.2.4.4. Реэкстракция ^{90}Sr:

– органическую фазу помещают в делительную воронку,

вместимостью 100 см^3 и прибавляют 25 см^3 горячей дистиллированной воды (температура воды должна быть 70-80°С), перемешивают в течение 2 минут и разделяют фазы. При перемешивании наблюдается газовыделение, поэтому необходимо приоткрыть пробку делительной воронки;

– водную часть помещают в стеклянный стакан вместимостью 200 см^3, а хлороформенную в делительную воронку вместимостью 100 см^3, вновь добавить 25 см^3 горячей дистиллированной воды, перемешать в течение 2 минут и разделить на фазы. Водную фазу объединить с первой порцией, а хлороформенную поместить в делительную воронку и провести реэкстракцию в третий раз по той же методике. Водную фазу объединяют с первыми двумя.

2.2.4.5. Осаждение карбоната стронция:

– в полученный водный раствор вносят 0,2 см^3 раствора азотнокислого стронция концентрации 50 мг/см^3 по стронцию (II). Далее раствор нейтрализуют гидроксидом аммония до щелочной реакции Среды (pH = 8-9) и вносят 1 см^3 насыщенного раствора углекислого натрия. Нагревают в течение 10 минут на электроплитке, а затем охлаждают.

2.2.4.6. Приготовление счетного образца:

– раствор фильтруется через фильтр "белая лента" или ядерный фильтр при помощи фильтрационной ячейки, промывается небольшим количеством дистиллированной воды, а затем этиловым спиртом;

– по окончании фильтрации фильтр вынимается из фильтрационной ячейки, высушивается на воздухе и поступает на радиометрию.

3. Радиометрические измерения.

3.1. Назначение и физические основы.

Радиометрические измерения выполняются с целью определения активности радионуклидов ^{90}Sr и ^{90}Y в подготовительных радиохимическим способом счетных образом.

Активность А (Бк) радионуклидов в счетном образце определяется путем измерения скорости счета радиометра при регистрации бета-излучения соответствующего радионуклида из счетного образца при регламентированных условиях, для которых предварительно определена чувствительность радиометра:

$$A = (n_0/\varepsilon)\cdot C_n\cdot C_\varepsilon\cdot C_\lambda \qquad (5)$$

Где $n_0 = n_x - n_\phi$;

n_x (имп./сек) — скорость счета радиометра при размещении

в нем счетного образца;

n_ϕ (имп./сек) — фоновая скорость счета радиометра ;

ε (имп./сек, Бк) — аттестованное значение чувствительности радиометра;

C_n — поправка, учитывающая просчеты радиометра (мертвое время) при больших значениях скорости счета;

C_ε — поправка, учитывающая отличие условий измерения от условий градуировки радиометра по чувствительности;

C_λ — поправка на распад или накопление ^{90}Y для проведения результата к моменту химического выделения радионуклида.

3.2. Требования к средствам измерений.

Для измерений применяется низкофоновый (с защитным домиком) бета-радиометр типа РУБ-01ПЗ, УМФ-1500М, КРК-01А, укомплектованный радионуклидным источником, комплектом стандартных подложек для приготовления счетных образцов и НТД на прибор.

Радиометр подлежит обязательной сертификации (метрологической аттестации) и поверке, выполняемой органом Государственной метрологической службы.

При метрологической аттестации должны быть:

– регламентированы условия выполнения измерений (формы, размеры и геометрия измеряемых счетных образцов);

– установлены метрологические характеристики радиометра (чувствительность для регламентированных условий измерения и погрешность ее определения, параметры для введения необходимых поправок);

– контролируемые параметры радиометра (значения фоновой скорости счета и скорость счета от контрольного источника).

3.3. Требование к счетным образцам.

Для приготовления счетных образцов должны применятся стандартизированные для данного радиометра подложки, предварительно проверенные на отсутствие радиоактивного загрязнения.

Размеры и масса вещества активной части счетного образца должны соответствовать требованиям, установленным при метрологической аттестации радиометра.

3.4. Подготовка радиометра к измерениям.

Включение радиометра и установление рабочего режима производится в порядке, установленном в документации на данный радиометр.

После установления рабочего режима выполняется контроль фоновой скорости счета радиометра n_ϕ и скорости счета от кон-

трольного источника $n_к$, проводятся измерения фоновой скорости счёта с контрольной стандартной подложкой.

Значение $n_ф$ и $n_к$ (с учетом поправки на распад радионуклида контрольного источника) должны находится в диапазоне, указанном в свидетельстве о метрологичесской аттестации (поверке) радиометра,

3.5. Порядок выполнения измерений.

3.5.1. Процедура измерений счетного образца включает:

– оценочное измерение скорости счета от образца с целью выбора экспозиции;

– выполнение с выбранным временем экспозиции симметричного цикла измерений с чередованием измерений фоновой скорости счета радиометра и скорости счета образца.

3.5.2. Время экспозиции τ (с) при измерениях счетного образца выбираются в диапазоне 30-300 с, исходя из условий достижения статической погрешности 3-30% в единичном измерении (суммарной) скорости счета радиометра n_x в соответствии с данными таблицы 3.

Таблица 3.

Время экспозиции (τ) для заданной статистической погрешности.

Статистическая погрешность, %	5	10	20	30
Время экспозиции,сек	$1600/n_x$	$400/n_x$	$100/n_x$	$44/n_x$

3.5.3. Симметричный цикл измерений счетного образца выполняется при выбранном времени экспозиции по следующей схеме:

измерение фона (3 раза) — измерение образца (5 раз) — измерение фона (3 раза) — измерение образца (5 раз) — измерение фона (3 раза) — измерение образца (5 раз) — измерение фона (3 раза).

3.5.4. Измерение фоновой скорости счёта радиометра производится с контрольной (радиационно-чистой) подложкой.

За текущее время измерения данного образца принимается время t_n середины (третье измерение) второй серии измерений счетного образца в цикле.

3.6. Обработка результатов измерений.

3.6.1. Рассчитывается среднее арифметическое значение ($\overline{n_i}$) и абсолютное среднее квадратичное отклонение ($\overline{S_i}$) для результатов измерений фоновой скорости счета радиометра из совокупности всех результатов наблюдений

$$\overline{N_f} = \frac{\sum_{i=1}^{m} N_{fi}}{m}; \quad \overline{n_f} = \frac{\overline{N_f}}{\tau};$$

$$\overline{S_f} = \frac{1}{\tau}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{m} N_{fi}^2 - m\overline{N_f^2}}{m(m-1)}} \qquad (7)$$

где N_{fi} — число отсчетов радиометра за время τ в i-м наблюдении фона;

m — полное количество результатов наблюдений фона (в регламентированном цикле $m = 12$).

Оценивается значение минимальной измеряемой скорости счета радиометра и минимальной измеряемой активности данного радионуклида в счетном образце:

$$n_{мин}=0{,}1\sqrt{\overline{n_ф}}\ , \ A_{мин} = n_{мин}/\varepsilon \qquad (8)$$

3.6.3. Обрабатывается совокупность результатов наблюдений скорости счета при измерениях счетного образца (аналогично п.3.6.1.):

$$\overline{N_x} = \frac{\sum_{j=1}^{e} N_{xj}}{e}\ ; \ n_x = \frac{\overline{N_x}}{\tau};$$

$$S_x = \frac{1}{\tau}\cdot\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{e} N_{xj}^2 - e\overline{N_x^2}}{e(e-1)}}\ , \qquad (9)$$

где j — порядковый номер результата измерений;

e —количество результатов измерений ($e = 15$).

3.6.4. Вычисляются значения скорости счета радиометра, обусловленное регистрацией излучения измеряемого радионуклида в счетном образце:

$$n_0 = \overline{n_x} - n_f \qquad (10)$$

Этот результат относится к текущему времени измерения, оговоренному в п.3.5.4.

3.6.5. В случае $n_o \le n_{мин.}$ результат измерения активности A (Бк) радионуклида в счетном образце представляется в виде

$$A < A_{мин} + \Delta \qquad (11)$$

где $\Delta = A_{мин}(0{,}5 + 0{,}01\sigma_\varepsilon)$;

$0{,}01\sigma_\varepsilon$ (%) — относительная погрешность аттестации радиометра по чувствительности.

3.6.6. В случае $n_0 > n_{мин}$ активность A (Бк) радионуклида в счетном образце рассчитывается по соотношению 5. При этом:

– поправка C_ε принимается для данного счетного образца на основании аттестованной зависимости чувствительности радиометра от массы активного вещества в счетном образце;

– поправка $C_n = 1 + n \cdot \tau_m$, где τ_m — мертвое время радиометра (по результатам метрологической аттестации) практически при значениях $n_x < 1000$ отсчет/сек можно принимать $C_n = 1$;

– поправка C_λ расчитывается в зависимости от измеряемого радионуклида по соотношениям;

$$C_\lambda = e^{\lambda(t_n - t_k)} - \text{при измерении } {}^{90}\text{Y}. \qquad (12)$$

$$C_\lambda = \frac{1}{1 + \frac{\varepsilon_{Y\text{-}90}}{\varepsilon_{Sr\text{-}90}}\left(1 - e^{\lambda(t_n - t_k)}\right)} - \text{при измерении } {}^{90}\text{Sr} \qquad (13)$$

где $\lambda = 1{,}07 \cdot 10^{-2}$ ч$^{-1}$ — постоянная распада ^{90}Y;

t — текущее время химического выделения (разделения) радионуклидов;

t — текущее время измерения счетного образца (по п.3.5.4.);

$\varepsilon_{y\text{-}90}$, $\varepsilon_{Sr\text{-}90}$ — чувствительность радиометра при регистрации излучения радионуклидов ^{90}Y и ^{90}Sr, соответственно.

3.6.7. Абсолютная погрешность определения активности радионуклида в счетном образце по п. 3.6.6. оценивается по соотношению:

$$\Delta A = A \cdot \left(\frac{2\sqrt{S_\Phi^2 - S_X^2}}{n_0} + 0{,}01\delta_\varepsilon \right), \qquad (14)$$

где δ_ε (%) — относительная погрешность аттестации радиометра по чувствительности.

3.7. Оформление результатов радиометрических измерений.

Результаты радиометрических измерений должны быть представлены в виде таблицы 4.

Таблица 4.

Результаты радиометрических измерений.

№ п/п	№ образца	Количество серий измерений	Скорость счета, отсчет/сек	Активность, Бк	Абсолютная погрешность, Бк
1	2	3	4	5	6

4. Обработка результатов.

4.1. Расчет содержания ^{90}Sr в анализируемых образцах в оксалатном методе проводится по соотношению 1 (раздел 2.1.1.).

4.2. Расчет содержания ^{90}Sr в анализируемых образцах в экспресс-методе проводится по соотношению 4 (раздел 2.2.1.).

4.3. Погрешность определения ^{90}Sr оксалатным методом складывается из погрешностей определения активности измеряемого образца, его массы, химического выхода стронция и иттрия.

В целом, относительная погрешность определения $(\sigma_\Sigma)^{90}$ может быть оценена по соотношению:

$$\sigma_\Sigma = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_{Y\text{-}90}^2 + \sigma_{Sr\text{-}90}^2 + \sigma_m^2} \qquad (15)$$

где σ_A — относительная погрешность определения активности образца;

$\sigma_{Y\text{-}90}$ и $\sigma_{Sr\text{-}90}$ — относительная погрешность определения химических выходов стронция и иттрия, соответственно;

σ_m — относительная погрешность массы образца.

Как правило, относительная погрешность определения активности образца значительно больше, чем сумма относительных погрешностей остальных измеряемых величин.

$$\sigma_A^2 >> \sigma_{Y\text{-}90}^2 + \sigma_{Sr\text{-}90}^2 + \sigma_m^2 \qquad (16)$$

Поэтому относительная погрешность определения ^{90}Sr оксалатным методом обусловлена погрешностью определения активности образца и в первом приближении может быть вычеслена по соотношению:

$$\sigma_\Sigma = \sigma_A = \frac{\sqrt{S_f^2 - S_x^2}}{n_0} + 0{,}01\delta_\varepsilon \ , \qquad (17)$$

4.4. Погрешность определения ^{90}Sr экспресс-методом складывается из погрешностей определения активности, химического выхода стронция и массы измеряемого образца. Погрешность определения активности ^{90}Sr экспресс-методом может быть оценена по соотношению 17.

5. Требования безопасности и квалификация персонала.

5.1. Радиохимики или агрохимики, работающие или временно привлекаемые к радиохимическому анализу и изготовлению эталонных препаратов, должны руководствоваться действующими "Основными санитарными правилами работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений" (ОСП-72/87), а также "Нормами радиационной безопасности" (НРБ-96).

5.2. При эксплуатации бета-радиометров должны соблюдаться правила и требования "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей" (ПТЭ) и "Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" (ПТБ). Также необходимо соблюдать "Нормы радиационной безопасности".

5.3. Радиохимические анализы должны выполняться персоналом, имеющим специальное высшее или среднее химическое образование. Радиометрические измерения должны проводиться персоналом, имеющим соответствующую квалификационную группу по технике безопасности при работе на электроустановках (ПТЭ и ПТБ).

5.4. Весь персонал, занятый при проведении анализов и радиометрических измерений, должен быть допущен медицинскими органами к работе с радиоактивными источниками.

Приложение 1

Термины и определения.

Партия — любое количество зерна, картофеля, овощей, сена и т.п. однородная по качеству, предназначенная к одновременной сдаче, отгрузке или хранящаяся в одном закроме.

Элементарный участок — поле, отдельно обрабатываемый участок, занятый одной культурой.

Точечная проба — небольшое количество зерна и т.п., отобранного из партии за один прием для составления объединенной пробы.

Объединенная проба — совокупность всех точечных проб, отобранных из партии.

Представительная (средняя) проба — часть объединенной пробы, выделенная для определения качества. Для небольших партий зерна и т. п. объединенная проба является представительной.

Среднесуточная проба — совокупность точечных проб, формируемая в течении суток при доставке зерна и т.п. на сборные пункты.

Навеска — часть представительной пробы, выделенная для определения отдельных показателей качества продукции.

Абсолютно-сухая проба — проба, высушенная до постоянной массы при температуре 105°С.

Воздушно-сухая проба — проба, высушенная до постоянной массы при температуре и влажности лабораторного помещения.

Приложение 2

П.2.1. Определение чувствительности радиометра к ^{90}Y и ^{90}Sr.

При проведении радиохимических анализов измерение радиоактивности приготовленных образцов проводят в сравнении с эталоном. Для этого радиометр должен быть отградуирован по эталону того излучателя, который выделялся при проведении данного радиохимического анализа. При этом должна быть соблюдена идентичность условий измерения эталона и анализируемых образцов.

Следовательно, градуировка радиометра сводится к определению чувствительности радиометра к измеряемому радионуклиду при регламентированных условиях измерения.

П.2.1.1. Определение чувствительности радиометра к ^{90}Y.

В 5 пронумерованных стаканов вместимостью 150 $см^3$ вносят по 50 $см^3$ дистиллированной воды и 1 $см^3$ раствора 6 моль/$дм^3$ HCl В каждый стакан вносят:

– по 50 мг окиси иттрия (по 1 $см^3$ титрованного раствора азотнокислого иттрия с содержанием Y $(NO_3)_3$ 121,7 мг/$см^3$;

– по 25 мг стронция (II) (по 0,5 $см^3$ раствора азотнокислого стронция, содержащего 50 мг/$см^3$ стронция (II);

– по 2, 4, 6, 8, 10, $см^3$ рабочего раствора ОРР ^{90}Sr + ^{90}Y с удельной активностью 50 Бк/$см^3$ в стаканы № 1, 2, 3, 4, 5 соответственно.

Стаканы с раствором доводят до кипения и кипятят в течение 1-2 минут. В горячий раствор приливают по каплям очищенный от карбонат-иона гидроксид аммония до образования гидроксида иттрия (pH=8-9 по индикаторной бумаге).

Осадок фильтруют через фильтр "синяя лента", промывают 2 раза горячей водой (2 $см^3$) с добавлением нескольких капель гидроксида аммония, очищенного от карбонат-иона. Время после окончания промывки записывают с точностью до 10 минут. Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют горячим раствором 0,5 моль/$см^3$ HCl. В раствор вносят 0,5 $см^3$ раствора азотнокислого стронция, содержащего 50 мг/$см^3$ стронция (II), кипятят 2 минуты и проводят повторное осаждение гидроксида иттрия, очищенным от карбонат-иона гидроксидом аммония. Осадок фильтруют через фильтр " синяя лента", промывают 2 раза горячей водой с добавлением нескольких капель гидроксида аммония.

Осадок на фильтре растворяют минимальным количеством

раствора 0,3 моль/дм^3 HCl. В солянокислый раствор, содержащий иттрий, приливают объем насыщенного раствора щавелевой кислоты и осаждают оксалат иттрия. При необходимости коррекция pH аммония.

Осадок фильтруют через фильтр "синяя лента". Фильтр с осадком помещают в доведенный до постоянного веса тигель, подсушивают на электроплитке, затем помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 800°С в течении 30 минут. Тигель извлекают из муфеля, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают. Определяют массу окиси иттрия и расчитывают химический выход носителя по соотношению 2.

Содержимое тигеля количественно переносят на стандартную подложку, разравнивают стеклянной палочкой, смачивают этиловым спиртом и сушат под инфракрасной лампой.

Полученный препарат измеряют на радиометре в соответствии с разделом 3.

Для каждого из 5 эталонных образцов расчитывают чувствительность радиометра ($\varepsilon_{Y\text{-}90}$) по соотношению к ^{90}Y по формуле:

$$\varepsilon_{Y\text{-}90} = \frac{n_{oi} e^{\lambda(t_n - t_b)}}{A_i W_Y} \times 100 \qquad (18)$$

где $\varepsilon_{Y\text{-}90}$ — чувствительность радиометра по отношению к ^{90}Y;

n_{oi} — скорость счета эталона за вычетом фона, отсчет/с;

A_j — введенная активность, Бк;

$t_в$ — текущее время химического выделения (разделения) ^{90}Y;

t_n — текущее время измерения счетного образца;

W_Y — химический выход иттрия;

λ — 1,07·10^{-2} ч$^{-1}$ постоянная распада ^{90}Y.

П.2.1.2. Определение чувствительности радиометра к ^{90}Sr.

В экспресс-методе проводится измерение бета-излучения ^{90}Sr. Так как энергия бета-излучения ^{90}Sr значительно ниже чем ^{90}Y, то при измерении препаратов ^{90}Sr необходимо учитывать самопоглощение бета-излучения. Следовательно, для градуировки радиометра необходимо эксперементально определить величину $\varepsilon_{Sr\text{-}90}/C_\varepsilon$ ($\varepsilon_{Sr\text{-}90}$ — чувствительность радиометра по отношению ^{90}Sr, а C_ε — поправка на самопоглащение бета-излучения), которая зависит от массы активного вещества в счетном образце. Для этого следует приготовить эталонные препараты ^{90}Sr различной массы.

В 5 пронумерованных стаканов вместиностью 250 см^3 вносят по 150 см^3 азотной кислоты концентрации 4 моль/дм^3. В ста-

каны № 1, 2, 3, 4, 5 вносят 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 см^3 раствора азотнокислого стронция, содержащего 50 мг стронция (II) в 1 см^3. Далее в каждый из стаканов вносят по 4 см^3 ОРР ^{90}Sr+ ^{90}Y удельной активностью 50 Бк/см^3.

Полученный азотнокислый раствор помещают в делительную воронку вместимостью 300 см^3 и приливают 25 см^3 хлороформа, перемешивают в течении 2 минут и разделяют фазы.

К полученному азотнокислому раствору, находящемуся в делительной воронке, приливают 25 см^3 3%-ного раствора ДГЦ-18-К-6 в хлороформе и перемешивают в течении 1 минуты. Фазы разделяют и записывают время разделения с точностью до 10 минут.

Органическую фазу переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3 и прибавляют 25 см^3 горячей дистиллированной воды (температура воды должна быть не менее 70-80°С), перемешивают в течении 2 минут и разделяют фазы. Водную часть помещают в стеклянный стакан вместимостью 200 см^3, а органическую часть в делительную воронку. К органической фазе добавляют 25 см^3 горячей дистиллированной воды, перемешивают в течение 2 минут и разделяют фазы. Водную фазу объединяют с первой порцией, а органическую помещают в делительную воронку и проводят реэкстракцию в третий раз по той же методике. Водную фазу объединяют с первыми двумя.

Полученный водный раствор нейтрализуют гидроксидом аммония до щелочной реакции среды (pH = 8-9) и вносят 1 см^3 насыщенного раствора углекислого аммония (допускается замена углекислого аммония углекислым натрием). Раствор нагревают на электроплите с закрытой спиралью в течение 10 минут.

Раствор фильтруют через фильтр "синяя лента" при помощи фильтрационной ячейки, промывают небольшим количеством дистиллированной воды с добавлением нескольких капель гидроксида аммония, а затем этиловым спиртом.

По окончании фильтрации фильтр вынимают из фильтрационной ячейки, высушивается на воздухе и поступает на радиометрию.

Важно, чтобы со времени разделения ^{90}Sr от ^{90}Y до измерения бета-радиоактивности прошло не более 2 часов.

Для каждого эталонного образца рассчитывают величину по $\varepsilon_{Sr\text{-}90}/C_\varepsilon$ соотношению 19:

$$\frac{\varepsilon_{Sr^{-90}}}{C_\varepsilon} = \frac{n_0}{A} \cdot C_n \cdot C_\lambda \quad , \qquad (19)$$

где n_o — скорость счета эталона за вычетом фона;

A — введенная в эталон активность;

$C_n = 1$, $C_\lambda = 1$ поправочные коэффициенты на накопление иттрия и мертвое время радиометра.

Строят зависимость величины ε / C_r от массы эталона. Полученную зависимость используют при расчете содержания ^{90}Sr в анализируемых образцах.

П.2.2. Проверка радиохимической чистоты препарата ^{90}Y.

Проверка радиохимической чистоты полученного препарата сводится к определению постоянной распада. В этом случае для проверки радиохимической чистоты достаточно провести пять измерений скорости счета образца через определенные промежутки времени в течение 2-3 периодов полураспада (Т =64 часа). Целесообразно проводить измерения через 24 часа.

По результатам измерений рассчитывают среднее значение постоянной распада (λ) по формуле 20:

$$\lambda = \frac{\sum_{i=1}^{5} 2{,}3(\lg n_0 - \lg n_i)}{5t} \qquad (20)$$

где n_0 — скорость счета образца за вычетом фона в начальный момент времени;

n_0 — скорость счета образца за вычетом фона в момент времени, прошедшее от начального измерения до i-го.

Если полученное среднее значение постоянной распада лежит в интервале значений $(1{,}08 \pm 0{,}07)10^{-2}$ $ч^{-1}$, то полученный препарат содержит ^{90}Y без посторонних бета-излучающих нуклидов. В противном случае необходимо проводить дополнительную очистку.

Проверку радиохимической чистоты ^{90}Y целесообразно проводить для образцов, содержащих не менее 5 Бк ^{90}Y.

Приложение 3

3.1. Паспорт пробы почвы

1. Шифр пробы _____
2. Дата _____
3. Почтовый индекс и область _____
4. Район _____
5. Сельсовет _____
6. Хозяйство _____
7. Примерное расстояние и направление до ближайшего населенного пункта _____
8. Севооборот _____
9. Номер поля _____
10. Площадь поля, га _____
11. Номер элементарного участка _____
12. Горизонт, глубина взятия проб _____
13. Мощность дозы мкР/час на высоте 1м от поверхности почвы _____
14. Прочие особенности _____
15. Организация и ответственный за отбор _____
16. Результаты анализа:
    - удельная активность, Бк/кг, погрешность _____
    - лаборатория, выполнившая анализ _____
    - исполнитель (Ф И О, подпись _____
    - дата _____

3.2. Сопроводительный талон проб сельскохозяйственных растений, отобранных с полей

1. Шифр пробы _____
2. Дата отбора _____
3. Почтовый индекс и область _____
4. Район _____
5. Сельсовет _____
6. Хозяйство _____
7. Примерное расстояние и направление до ближайшего населенного пункта _____
8. Культура _____
9. Урожайность _____
10. Масса пробы, _____
11. Организация и ответственный за отбор _____
12. Результаты анализа:
    - удельная активность, Бк/кг, погрешность _____
    - лаборатория, выполнившая анализ _____
    - исполнитель (Ф И О, подпись _____
    - дата _____

3.3. Этикетка

на пробу продукции ратениеводства, отобранной со складов, элеваторов, автомобилей, барж и т.п.

1. Шифр пробы _____
2. Дата отбора _____
3. Почтовый индекс и область _____
4. Район _____
5. Сельсовет _____
6. Хозяйство _____
7. Номер склада, элеватора, автомобиля, название судна и т. п _____
8. Номер бригады _____
9. Культура, сорт _____
10. Организация и ответственный за отбор _____
11. Результаты анализа:
    - удельная активность, погрешность, Бк/кг _____
    - лаборатория, выполнившая анализ _____
    - исполнитель (Ф И О, подпись) _____
    - дата _____

Литература

1. Методические указания по определению содержания стронция-90 и цезия-137 в почвах и растениях, Центральный институт агрохимического обслуживания сельского хозяйства МСХ СССР (ЦИНАО), 1985 г. Москва — 1985 г.

2. Инструкции и методические указания по оценке радиационной обстановки на загрязненной территории. Госкомгидромет Москва — 1987 г.

3. Методика экспрессного определения объемной и удельной активности бета-излучающих нуклидов в воде, продуктах питания, продукции растениеводства и животноводства методом «прямого» измерения «толстых» проб (переработанная и дополненная). Москва 1987.

4. Якшин В.В., Вилкова О.Н., Мясоедов Б.Ф., Тузова А.Н., Симонов Ю.А. Тезисы докладов 17 Всесоюзного совещания по химии комплексных соединений. Минск 29-31 мая 1990 г., часть IV. Минск 1990.

gost.e-ecolog.ru