ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ САПАСЫ
Ауыз судағы жалпы бета-белсенділікті өлшеу

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Измерение общей бета-активности в питьевой воде

ҚР СТ ИСО 9697-2006

(ИСО 9697:1992 Су сапасы. Тұзсыз судағы жалпы бета-(радио) белсенділікті өлшеу, (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ САПАСЫ

Ауыз судағы жалпы бета-белсенділікті өлшеу

ҚР СТ ИСО 9697-2006

(ИСО 9697:1992 Су сапасы. Тұзсыз судағы жалпы бета-(радио) белсенділікті өлшеу, (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің "Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты" РМК **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗГЕН**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2006 жылғы 18 тамыздағы № 357 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ІСКЕ ҚОСЫЛДЫ**

3 Осы стандарт ИСО 9697-92 «Су сапасы. Тұзсыз судағы жалпы бета-(радио) белсенділікті өлшеу» стандартының түпнұсқалық мәтінін білдіреді және Қазақстан Республикасының экономика қажеттілігін білдіретін қосымша талаптар курсивпен белгіленген.

4 АЛҒАШҚЫ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2011 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толық немесе жекелей жарыққа шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Әрекет принципі	1
4	Реагенттер	1
5	Жабдық	2
6	Сынамаларды сұрыптау	3
7	Процедура	3
8	Нәтижелерді көрсету	5
9	Дәлдік	6
10	Интерференцияны бақылау	7
11	Нормативтік ережелер	9
12	Тестлеу туралы есеп	9

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Су сапасы. Ауыз судағы жалпы бета-белсенділікті өлшеу

Енгізілген күні 2007-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт ауыз судағы жалпы бета-белсенділікті анықтауға арналған әдістерді белгілейді. Әдіс β-максимальды энергиясы>03 MeV ұштпайтын β-белсенді радионуклеидтерді қамтиды. Анықтамаға энергиясы өте төмен β-генераторлар, оның ішінде ^{3}H, C, ^{35}S и ^{241}Pu қосылмаған.

Осы әдіс шикі және ауыз суларды талдауға қолданылады, бірақ та тұзды немесе алдын ала адаптациядан өтпеген минерализацияланбаған суларға тікелей қолданылмайды.

Үлгі өлшемі органикалық емес су құрамбірліктерімен және салыстырмалы жабдықты пайдалануда айналасатын планшет өлшемімен шектеледі.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ҚР СТ ГОСТ Р 51592-2003 Су. Сынамаларды сұрыптауға қойылатын жалпы талаптар.

ГОСТ 6709 - 72 Реактивтер. Тазартылған су. Техникалық шарттар.

3 Әрекет принципі

Үлгі тұрақтандыру мақсатымен тотықтандырады және құрғағанша кептіріледі, сульфатты нысанға ауысады және 350 °С температурада қызады. Тұнба бөлігі планшет калий стандартына қатысты алдын ала калибрленген Гейгер санауыштың көмегімен өлшенген бета-(радио)белсенділігіне ауысады.

4 Реагенттер

Реагенттерде белгілі аналитикалық дәреже және минимальды рең белсенділігі болуы тиіс.

Ескерту – Тексеруге арналған әдіс 10.1 тармағында көрсетілген.

Ресми басылым

4.1 Тазыртылған су *ГОСТ 6709 бойынша.*

Тазартылған немесе иондалмаған су кез келген уақытта қолдануға қажет.

Ескертулер

1 Шаблондарды тікелей әдісте анықтау үшін пайдаланатын тазартылған (немесе иондалмаған) су, сондай-ақ басқа реагенттерді препараттау үлгілерде байқалған ең аз мөлшерлі ұқсас параметрлермен салыстырғанда айтарлықтай төмен радиоактивтер болуы тиіс.

2 Иондармен алмасу кейбір шайыр үшін айрықша ^{30}Sr шайырда болатынын анықтайды (шайылу мүмкін). Егер қолданар алдында иондалмаған су пайдаланса, барлық қоректену көздерін тексеру қажет.

4.2 105 °С температура кезінде тұрақты салмаққа дейін кептірілген калий хлориді, стандарт эталоны көзі.

4.3 Қолданыстағы нормативтік құжаттар бойынша 50 % концентрацияланған азот қышқылы.

100мл ± 5мл азот қышқылын *(р* = 1,42 гр/мл) (200 ± 5) мл дейін сумен араластырыңыз.

4.4 Концентрацияланған *ρ* — 1,84 гр/мл күкіртті қышқылы *қолданыс-тағы нормативтік құжаттар бойынша.*

4.5 Ұшатын органикалық еріткіштер, метанол және ацетон *қолданыс-тағы нормативтік құжаттар бойынша.*

5 Жабдық

Зертханалық жабдық, сондай-ақ

5.1 Төмен реңді Гейгер санауыштар немесе басқа да санауыш құрылғы

Көз қашықтығы детектордан 10 мм-ден (10 мм ауа = 0,01 мг/мм^2 қалыңдығы) аспауы тиіс. Детекторлық жүйе 7 мг·см$^{-2}$ ± 0,02 мг·мм$^{-2}$ ± 0,02 мг·мм$^{-2}$ (7 мг·см$^{-2}$ 2 мг·см$^{-2}$) көз үшін сыртқы абсорбер қалыңдығын бейімді көрсетуі тиіс. Осыған детектордың соңғы терезе немесе тиісті қалыңдығымен қосымша абсорбермен бірге соңғы жұқа терезе көмегімен жетуге болады. Бұдан басқа реңді төмендету үшін дәл келу/дәл келмеу бойынша қандай да күйге келтірулер әр түрлі алып тастау энергиясы жүйесінің тиімділігіне әсер етпеуі тиіс.

5.2 Планшеттер (лоткалар), қалыңдығы 2,5 мг·мм$^{-2}$ кем емес. Планшеттер тат баспайтын болаттан жасалуы тиіс, ал планшет шеті бір-біріне тығыз тұтасып тұруы тиіс. Бұл қанығуды кері ыдыратады.

Ескерту

1 Пайдалануға планшет диаметрі санауыш талаптарымен, яғни детектор және көз ұстаушы диаметрін өлшеумен анықталады.

2 ^{60}Co қоспа ретінде білінуі мүмкін, осылайша рең мәніне ықпал көрсете отырып, бірақ үлгі немесе шаблонға міндетті түрде емес, өйткені белсенділік тұнбаға сіңеді.

3 Біркелкі бөлінген көз қажет; кейбір мамандар өңделген металл бетіне жұмыс жасауы жеңіл деп есептейді, ал басқалары кедір-бұдыр планшетті (осы мақсатта құм ағынымен тазарту және химиялық улау) пайдалану артық деп есептейді.

5.3 (350 ± 10) °С температура кезінде жұмыс жасайтын муфельдік пеш °С

5.4 Қолданыстағы нормативтік құжаттар бойынша бу моншасы.

6 Сынамаларды сұрыптау

Таза полиэтилен бөтелкеде жинау үшін бір литр үлгіге (20±1) мл азот қышқылын қосыңыз, ал содан кейін ҚР СТ ГОСТ Р 51592 сәйкес жинаңыз. Қышқылдану бөтелке қабырғаларына радиобелсенділік абсорбциясын минимизация жасайды. (4±2) °С температурада сақтаңыз және үлгі талдауын материалды жинағаннан кейін дереу жүргізу керек.

Егер суда сүзілген үлгі белсенділігін қажет болса, оны қышқылдандырар алдында материалды жинағаннан кейін бірден сүзгіні жүргізіңіз.

Ескерту – Белсенділік су еріткіші пен қатты заттағы абсорбция арасында бөлінеді. Осылайша сүзгі қышқылдандырар алдында осы бөліністі бұзатындай жүргізілуі тиіс.

7 Процедура

7.1 Алдын ала кезең

Ескерту – Талдау радио-бақылаушы құрылғыларын пайдаланбайтын аймақта жүргізілуі қажет.

Судағы қатты бөлшектердің жалпы құрамын А қосымшасына сәйкес анықтаңыз. 350 °С температурада қыздыру салдарынан құрамдағы өзгерістерді және сульфатты тұнбаларды ескере отырып 0,1*A* мг (мұндағы *A* – планшет зонасы (5.2) квадрат миллиметрде) сәл артық қатты тұнба мүмкіндігін өндіруге қажетті үлгілердің көлемін есептеңіздер.

7.2 Концентрация кезеңі

6-тармақ бойынша үлгіні (± 1) % литрмен берілген *V* өлшенген мөлшерін қыздырғаннан кейін 0,1 *A* мг кем емес тұнба қалатындай етіп құтыға ауыстырыңыз.

Ескерту – Тым жұмсақ су үшін 0,1 *A* мг шығаруға қажетті көлемі өте үлкен. Осындай жағдайда көлемнің ең үлкен мөлшерін пайдалану қажет (12-ескертуді қараңыз).

Көлемі 50 мл-ге дейін азайғанша ыстық плитада затты буландырыңыз, содан кейін салқындатыңыз.

350°С температурада алдын ала жылтқан кремний диоксидінен (жылтыратқан шынаяқ) жасалған концентрацияланған ерітіндіні таразышы тостағанға ауыстырыңыз. Құтыны аздаған сумен жақсылап жуып, шайылған ерітіндіні тостаған ауыстырыңыз.

Ескерту – Егер құты өте үлкен болса, шайылған ерітіндіні кішірек құтыға ауыстыру ынғайлы (мысалы, 500 мл). Ерітінді содан кейін кремний диоскидінен жасалған тостағанға ерітіндіні ауыстыру процедурасын жеңілдету үшін төменгі салмаққа дейін концентрациялануы мүмкін.

7.3 Сульфаттау кезеңі

Шайылған ерітінді тостағанда салқындағаннан кейін 1 мл (±20) % күкірт қышқылын қосыңыз.

Ескерту – Кептіру және қыздыру процесінде кейбір сулар радиобелсенділікті өлшеуге сәйкес келмейтін тұнба болуы мүмкін, өйткені, гидроскопиялық немесе ерігіш емес. Осы сульфаттау процесі көптеген үлгілерге сәйкес келеді. Таңдалған күкірт қышқылы көлемі шамамен 1,8 гр кальций карбонатын сульфаттауға болады. Қышқылдың артық болуын рұқсат беруге қатты бөлшектердің жалпы болуын 1 гр арттырмау үшін үлгінің бастапқы көлемін таңдау керек.

Тостаған ішіндегін кепкенше буландыру керек.

Заттың шашырауын болдырмау үшін тостағанды қыздырып инфрақызыл лампамен немесе оған ұқсас құрылғылармен), күкірт қышқылының көбігі пайда болуына дейін қыздыруды жалғастырыңыз. Содан кейін қыздыру плитасына тостағанға ауыстырыңыз және көбіктің заттың бетінде пайда болуы тоқтамайынша қыздыруды жалғастырыңыз.

Ұшатын органикалық ерітіндінің бірнеше тамшымен сұйылта отырып планшетке тұнбаны біркелкі таратып, кептіріңіз.

Ескерту – Үлгіні жұқа майларлы үлдірмен жабуға болады.

7.4 Қыздыру кезеңі

Муфельдік пештегін тостағанға ауыстырып, (350±10) °С температурада бір сағат бойы қыздырып, содан кейін затты кептіргіш шкафта салқындатыңыз.

Тұнбасы бар тостағанды өлшеп, m (мг) салмақтағы айырмашылығы көмегімен қызған тұнбаның салмағын анықтаңыз.

7.5 Көзді препараттау

Планшетке 0,1 A мг (±1) % күлді өлшеңіз. Егер күл ірі болса, оны ұсақтаңыз.

Егер 7.2-тармақта пайдаланған, 0,1 А мг кем тұнба көлемінің ең үлкен мөлшерін планшетке ауыстырыңыз.

7.6 Санау кезеңі

Гейгер санауышын немесе өндіруші нұсқаулығына сәйкес басқа бета – санауышты қондыру керек.

Планшеттегі белсенділікті жалғасу уақыт кезеңі ішінде құрылғы көрсеткішін санау арқылы өлшеңіз. Санау көрсеткіші R_b s^{-1} тең болсын.

Ескерту – Санау ұзақтығы үлгіге және рең шот көрсеткішіне, сондай-ақ қажет етілетін дәлдікке байланысты.

7.7 Реңді анықтау

Рең белсенділігін 5.2 тармағы бойынша бірдей таза планшет көмегімен өлшеңіз. Шот көрсеткіші R_0 s^{-1} тең болсын. Қайталап санау рең тұрақтылығын растайды.

7.8 Эталон көзін өлшеу

Калий хлоридінің көмегімен үлгі күлінің орнына 7.5 және 7.6 тармақтарында көрсетілген процедураны жүргізіңіз. Санау көрсеткіші R_b s^{-1} тең болсын.

8 Нәтижелерді көрсету

8.1 Белсенділік концентрация есебі

Ерітінді *с* белсенділік (литріне беккерели) концентрациясын мынадай формула бойынша есептеу керек:

$$c=R_n \times \frac{1}{\varepsilon_S} \times \frac{1}{V_p} \qquad (1)$$

мұндағы, с- бета-белсенділік (литріне беккерели);

R_n – рең көрсеткіші үшін түзетілген, секундта берілген үлгінің шоттық көрсеткіштері;

ε_S - ^{40}K стандарты өлшеудің бөлшектік тиімділігі;

V_p – үлгі көлемі (л), планшеттегі қатты заттың баламалы салмағы.

Осылайша,

$$R_n = R_b - R_o$$

мұндағы, R_b - 7.6-тармағы бойынша секундта берілген импульстардағы байқалатын үлгінің шоттық көрсеткіштері;

R_o - 7.7 - тармағы бойынша секундта берілген импульстардағы реңнің шоттық көрсеткіштері;

сондай-ақ,

$$\varepsilon_S = \frac{(R_S - R_o)}{0.1A \times 14.4} \times 1000$$

R_S - 7.8-тармағы бойынша секундта берілген импульстардағы байқалатын үлгінің шоттық көрсеткіштері;

A - квадраттық миллиметрде берілген планшет аймағы;

0,1A- қатты калий хлоридінің салмағы немесе 7.8 бойынша планшеттегі күл (мг).

сондай-ақ,

$$V_p = \frac{V}{m} \times 0{,}1A$$

мұндағы, V – 7.2 бойынша литрде берілген үлгі көлемі;

m- 7.4 бойынша V көлемі қызған тұнбаның салмағы (мг).

Осылайша, жалпы теңдеу (1) мынадай түрде:

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 0{,}1A \times 14{,}4 \times m}{(R_S - R_0) \times 1000V \times 0{,}1A}$$

$$= \frac{(R_b - R_0) \times 14{,}4 \times m}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V}$$

С белсенділігінің қорытынды теңдеуі (литріне беккерели) мынадай болады:

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 14{,}4 \times m \times 1{,}02}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V} \qquad (2)$$

16-ескерту Тұрақтандырғыш ретінде бір литрге қосылған 20 мл азот қышқылын түзетуге қорытынды теңдеуге 1,02 факторды қосу керек (6-тармағын қараңыз).

Егер ^{40}K үшін көрсеткіштерден басқа үлгі радиобелсенділігін алып тастау қажеттілігі болса, бастапқы үлгідегі калийді өлшеп оның салымын бағалау керек. Нәтижесі бойынша 15-ескертудегі ақпаратты пайдалана отырып белсенділікті есептеу керек және *с* үшін алынған мәнінен оны алыңыз.

9 Дәлдік

9.1 Стандарттың ауытқуы

Рең үшін түзетілген үлгі белсенділігімен байланысты s_c стандарттың ауытқуы мынадай теңдеу бойынша есептеледі:

$$s_c = \sqrt{\frac{R_b}{t_b} + \frac{R_0}{t_0}} \times \frac{14{,}4 \times m \times 1{,}02}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V} \qquad (3)$$

Мұндағы, t_b және t_0 – үлгі және рең санаудың тиісті ұзақтығы.

Калий хлориді стандарты көзін санаумен байланысты стандарттың ауытқуы үлгі көрсеткіштерімен салыстырғанда болымсыз болып табылады, демек, нәтиже стандарт ауытқуымен белгіленуі тиіс.

9.2 Анықтау лимиті

α немесе k коэффициенті қателік ықтималдығына жалпы бета-белсенділік анықтамасына жететін табу лимиті мынадай қатынас көмегімен жуықталған дәлдікпен есептелуі тиіс:

$$c_{\min} = k \times \frac{a_S \times m \times 1,02}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_0}{t_b}(1 + \frac{t_b}{t_0})} \quad (4)$$

Мұндағы, a_s - стандарттың айрықша белсенділігі (грамына берілген беккерели).

Табу шегі судың органикалық емес құрамбірліктеріне, пайдаланатын жабдықта мен көрсеткішті санау ұзақтығында болатын радионуклеидтерге байланысты.

1-кестесінде ұсынылған нәтижелері ^{137}Cs (723 мБк·л$^{-1}$) тестлеу үлгімен бірге алынған болатын.

Көз аймағын санаудың ұзақтығы, рең санау деректері және еркін дәрежесі 2-кестеде көрсетілген.

9.3 Сезімталдық

Санаудың тиімділігі бета-бөлшектер энергиясына байланысты шамамен 0,05-тен 0,5-ке дейін түрлендіреді. ^{40}K стандарт ретінде пайдалану β_{max}> 1,32 MeV бар радионуклеидтерді қайта бағалауға және β_{max} төменірек радионуклеидтерді жете бағаламауға апарады.

1-кесте

Зертхана	Тұнба		Табу шегі мБк·л$^{-1}$
	mlV	$S \pm m/V$[1)]	
AERE	522	1,4	40
LGC	578	2,8	70
WRC	535	2,5	114
AERE: Атом энергиясын зерттеу мекемесі (Харвелл) LGC: Мемлекеттік химия зертханасы (Лондон) WRC: Суды зерттеу орталығы (Стевенидж)			
[1)] *m* және *V*. Анықтауға 7-тармағын қараңыз.			

10 Интерференцияны бақылау

10.1 Ластану

Жеке планшеттердегі реагент процедураларында пайдаланатын объемдарды буландыру арқылы реагенттердің ластануын тексеріңіз. Үлгі белсенділігімен салыстырғанда белсенділіктің болымсыз екеніне көз жеткізіңіз. Барлық жүйені хроматографиялық реагент деңгейлі 0,1 *A* мг кремний гель қосылған, (20 ±1) мл азот қышқылымен қышқылдандырылған, 1л ± 10 мл тазартылған суды өңдеу арқылы ластанғанын тексеріп, белсенділікті өлшеңіз. Оны шоттық тұғырықтағы 0,1 *A* мг кремний гелі

тікелей суспензиясы белсенділігімен салыстыруға болады. Үлгі белсенділігін салыстыру бойынша белсенділіктің болымсыз екеніне тағы да көз жеткізіңіз. Егер белсенділік болымсыз болса төменірек радиобелсенділігі бар реагенттерді таңдаңыз немесе 7.7-тармағында көрсетілген процедураның орнына осы тармақшаның бірінші бағанында көрсетілген барлық жүйенін ластануын тексеруге арналған кезенді пайдаланып негізгі процедураға шаблон анықтамасын қосыңыз.

10.2 Белсенділіктің жоғалуы

Осы әдіс көмегімен кейбір радионуклеидтерді анықтау кезінде жоғалатыны не өлшенбейтіні анық. Мысалы, ^{3}H, ^{14}C және кейбір S буландыру және қыздыру кезінде жоғалады.

Энергиясы төмен бета-генераторлар (немесе өте төмен тиімділігімен өлшенеді) 0,1 мг·мм^{2} (10 мг·см$^{-2}$) өзін абсорбциялау және 0,07 мг·мм^{2} (7 мг·см$^{-2}$) сыртқы абсорбциямен өлшенбейді. Радионуклеидтерден уран сериясында ^{222}Rn өндеу кезінде жоғалады, бірақ ^{214}Bi және ^{226}Ra бета-генерациялайтын еншілес элементтер болады.

2-кесте

Зертхана	Көз аймағы см^{2}	Санау уақыты s	Ренді санау жылдамдығы с·s^{-1}	^{40}K дейін санау тиімділігі (ыдырауды санау)	Еркін дәрежесі (n-1)	Алынған	
						мБк·-^{1}	%s
AERE	19,6	1,2 x 10^{4}	0,014	0,29	5	370	6,9
LGC	20,3	6x 10^{4}	0,116	0,29	5	401	3,7
WRC	19,6	6 x 10^{4}	0,153	0,30	5	409	16,9
AERE: Атом энергиясын зерттеу мекемесі (Харвелл)							
LGC: Мемлекеттік химия зертханасы (Лондон)							
WRC: Суды зерттеу орталығы (Стевенидж)							

10.3 Жүйе жауапты реакциясының вариациялары

Ескерту - Өзін өзі абсорбциялаудың міндетті түрде болатын тиімділігі су құрамына байланысты санау тиімділігі вариациясында болады. Радионуклеидтерге арналған жүйе жауабы кремний диоксиді инъекциясының немесе басқа да радионуклеидтердің белгілі бір ерітіндісі мөлшерлерімен шаблонды материалдар көмегімен анықталуы тиіс. Жақсылап кептірген кейін және біркелкі күйге келгеннен кейін препараттауға болады және қалындығы 0,001 A мг·мм$^{-2}$ (0,1 А мг·см$^{-2}$) көзін санау керек. Содан кейін белсенділік бірлігіне арналған санау жылдамдығы сияқты санау жауабын санауға болады.

10.4 Сапаны бақылау

Құрал сапасын бақылауға қатысты дайындаушы ұсыныстарын сақтау; әр үлгі жиынтығымен берген саналған 7.8 тармағы бойынша калий хлориді

және 7.7 тармағы бойынша рең планшеттері стандарттарына арналған сапа кепілдігінің графигін дайындау керек.

Ескерту – Оператор жұмысын 1 л тазартылған су порциясы препаратталған, алты санау көзінен кем емес өндіру арқылы тексеруге болады, олардың әрқайсысына калий хлоридінің белгілі мөлшері қосылған болатын. Қосылған мөлшер осы көздерді санауға дайындау үшін қыздыру процедурасынан кейін 0,1 *А* мг кем емес тұнбаны қамтамасыз ету үшін жеткілікті болуы тиіс.

11 Нормативтік ережелер

Радиоактивтік материалдарды пайдалануға және мемлекет аумағында радиоактивтік қалдықтың қолданылуын жоюға қатысты барлық ұлттық және халықаралық нормативтік ережелердің сақталғанына көз жеткізіңіз.

12 Тестлеу туралы есеп

Тестлеу туралы есеп мынадай ақпаратты қосуы тиіс:

а) осы стандартқа сілтемені;

б) үлгіні алып тастау ұзақтығын қоса, үлгілерді сәйкестендіруге қажетті барлық ақпаратты;

в) үш таңбалы санға дейін литріне беккерелиде бета-белсенділігінің жалпы болуын; егер нәтиже 9.2 тармағындағы іздеу шегінен төмен болса, берілген фактін көрсетуі керек;

г) негізгі уақытты және санау күнін, сондай-ақ үлгіні алып тастау уақытын;

д) іздеу уақытында байқалатын кез келген айтарлықтай көріністер;

е) осы халықаралық стандартқа енгізілмеген қандай да бір операция туралы толық мәліметтерді;

ж) процедурадағы кез келген шартты кезеңдер, мысалы, үлгі сүзгісі.

А қосымшасы
(міндетті)

180 °С температурада кептірілген (TDS) жалпы ерітілген қатты бөлшектер

А.1 Әдістің жұмысшы сипаттамасы

А.1.1 Анықталған зат

Саңылау өлшемі 0,45 мм, мембрана сүзгі арқылы сүзгілеу жолымен судан алынбаған ұшпайтын органикалық және/немесе органикалық емес зат

А.1.2 Үлгі типі

Табиғи және ластанған сулар және теңіз суынан басқа белгілі бір факторлар немесе құрамында магний және хлорид өте көп сулар (А.10 қараңыз).

А.1.3 Әдіс негізі

Мембрана сүзгі арқылы сүзгілеу. Сүзгідегі ерітілген заттың салмағы 180 °С температурада буландыру, кептіру жіне А.10 тармағы бойынша өлшеу арқылыы анықталады.

А.1.4 Қолданылу спектрі

Төменгі шек таразының сезімталдығына байланысты. Нақты жоғарғы шек жоқ.

А.1.5 Стандартың ауытқуы (А.1-кестесін қараңыз.)

А.1-кестесі

180°С температурады кептіру кезінде алынған ерітілген қатты бөлшектердің жалпы болуы, мг/л	Стандарттың ауытқуы (жиынтықта) мг/л	Еркін дәрежелері
569	5,32	9
343	5,54	9
202	2,89	9

А.1.6 Іздеу шегі

Шамамен 10 мг/л көрсеткендей, пайдаланатын таразыға байланысты.

А.1.7 Сезімталдық

100 мл зат үшін әр 10 мг/л жалпы ерітілген қатты бөлшектер 1 мг салмақтағы өзгерістерге сәйкес келеді.

А.1.8 Кінарат

Кінарат анықталмаған, бірақ әдістің қарауы болымсық кері ауытқуды айқындайды, сондай-ақ үлгіге байланысты. Алайда кінарат егер үлгіде гидрокопиялық тұз бар болса, жағымды болуы мүмкін. Кейбір органикалық құрамбірліктер күюі мүмкін, ал кейбір құрамбірліктер (мысалы, аммоний

тұздары) ұшып кетеді.

А.1.9 Интерференциялар

Арнайы тестер жүргізілген жоқ, бірақ гидрокарбонаты бар сулар карбонатқа гидрокарбонат толық конверсиясын қамтамасыз ету үшін 180°С температурада ұзақ уақыт кептіру қажет етіледі.

А.1.10 Уақытты талдауға қажеттіктер

Үлгі типіне байланысты әдетте бір күні құрайды.

А.2 Қолданылу саласы

А. 2.1 Әрекет заты

Осы әдіс саңылауөлшемі 0,45 мм, мембрана сүзгі арқылы сүзгілеу жолымен судан жойылмаған ұшпайтын органикалық және/немесе органикалық емес заттарды анықтайды.

А.2.2 Қолданылу

Осы әдіс табиғи және ластанған суларға, сондай-ақ кейбір ағынды суларға қолданылады.

А.2.3 Ерітілген қатты заттардың жалпы болуын анықтау

Өлшенген заттарды анықтау сүзгісі (мембрана сүзгілеу әдісі) А.8.1 тармағы бойынша ерітілген қатты заттардың жалпы болуын анықтау үшін пайдаланылуы мүмкін, 20 ескерту.

А.3 Әрекет принципі

Өлшенген зат төмендетілген қысымда сүзгілеу жолымен үлгінің өлшенген көлемінен жойылады.

Сүзгі кепкенше бу моншасында буландырады, содан кейін қатты заттардың жалпы болуын гравиметриялық анықтар алдында 180 °С температурада кептіреді.

А.4 Интерференциялар

Гидрокарбонат және/немесе гидроскопиялық тұздары бар үлгілер.

А.5 Қауіпті шарттар

ҚАУІПСІЗДІКТЕН САҚТАНДЫРУ! Төмендетілген қысымда сүзгілеу уақытында қорғау экранын пайдаланған жөн.

А.6 Реагенттер

Иондалмаған су немесе тазартылған су.

А.7 Құралдар

А.7.1 Тиімді саңылау өлшемі 0,45 мм, диаметрі 47 мм целлюлоза эфирінің мембрана сүзгілері

А.7.2 Мембрана сүзгілері бар жұмыстар үшін үшкір пинцет

А.7.3 Мембрана сүзгі үшін тірек плитасына кіретін ажыратылмайтын сүзгі құйғышынан тұратын сүзгілеу құралы.

А.7.4 Көлемі 500 мл Бухнер құты.

А.7.5 Көлемі 250 мл өлшегіш цилиндр

А.7.6 (180 ± 2) °С температурада реттелетін кептіргіш пеш.

А.7.7 Өзі анықтайтын кремний гелі бар кептіргіш шкаф.

А.7.8 ±0,1 мг дейін дәлдікпен өлшеу қабілеті бар аналитикалық таразылар.

А.7.9 (2,6-3,3) кПа төмендетілген қысымын құруға механикалық немесе су соритын сорғы.

А.7.10 Буландыру тарелкасы үшін тірегі бар бу моншасы.

А.7.11 Көлемі 150 мл буландыруға платинтік, шыны немесе шынаяқ тарелкалары. Егер үлгіде фосфат бар болса платинтік тарелкаларды пайдалануға болады.

А.8 Аналитикалық процедура

НАЗАР АУДАРЫҢЫЗ! Төмендетілген қысыммен сүзгілеудің қауіпсіздік техникасын сақтау үшін қорғау экранын жүргізілуі тиіс.

А.8.1 А.7.2 тармағы бойынша өткір пинцеттің көмегімен А.7.3 тармағы бойынша сүзгілеу құрылғысын тірек тарелкасына А.7.1 тармағы бойынша мембрана сүзгіні орналастырыңыз, тазартылған сумен сүзгіні дымқылдап және құралдың жоғарғы жағына жүргізіңіз. 50 мл тазартылған судың көмегімен мембрана сүзгіні үш рет шайып, сондай-ақ су қалдығын жою үшін әр шаю арасында сүзгіні ақырындап кептіру керек. Сүзгішті алыңыз (19 және 20-ескертуді қараңыз).

Ескертулер

1 Меншікті өткізуді өлшеу ерітілген қатты заттардың жалпы болуының жуықтаған мәнін алуы үшін нұсқаулық ретінде пайдалануа болады. Алайда тестіленетін су типі үшін конверсия дұрыс факторын тәжірибе жолымен анықтауға болады.

2 Егер өлшенген заттарды анықтау бойынша сүзгіні пайдаланса, А.8.4-тармағына ауысыңыз.

А.8.2 200 мг артық ерітілген қатты бөлшектер болмауы үшін аралас үлгінің қажетті көлемін сүзгілеу керек (19 және 21-ескертулерді қараңыз).

Ескерту – Буландыру тарелкасындағы артық тұнба су өткізбейтін қабыршақты туғыза алады.

А.7.5-тармағы бойынша өлшегіш цилиндрдің көмегімен сүзілген үлгі көлемін белгілеу керек. Мысалы, бұл V_A мл тең.

А.8.3 Үлгіні сүзгіден өткізгеннен кейін сүзгіде қалған ерітілген қатты заттарды жою үшін 10 мл судың көмегімен мембрана сүзгіні үш рет шаю керек. Үлгі сүзгісіне шайылған ерітіндіні қосыңыз.

А.8.4 1 сағат бойы (180 ± 2) °С температурада А.7.11 тармағы бойынша буландыру таза тарелкасын кептіріп, А.7.7-тармағы бойынша кептіргіш шкафта салқындатып және 0,1 мг дейін дәлдікпен өлшеу керек. Мысалы, бұл салмақ m_B гр тең.

А.8.5 Сүзгідегі қоспаны және буландыру тостағанға шайылған ерітіндіні бөлшектеп ауыстырып және жоғары инфрақызыл қыздыру арқылы кептіріп, А.7.10–тармағы бойынша бу моншасына ерітіндіні буландыру керек.

А.8.6 Барлық су үлгі сүзгісінде буланғанда, А.7.6-тармағы бойынша кептіргіш пешіне буландыру тарелкасына ауыстырып, (180 ± 2) °С температурада (22 және 23-ескертулерді қараңыз) тұрақты салмаққа дейін кептіріңіз. Кептіргіш шкафта салқындатып өлшеңіз. Осы салмақ m_C гр тең болсын.

Ескертулер

1 Тұрақты салмақ 0,5 мг немесе кептіру және өлшеудің тізбекті кезеңінен кейін салмақты айыру кезінде алынады.(Егер салмақ, үлгінің кейбір түрлері үшін тұрақты салмақ кептірі және шаю екі, қажет болса тек бір циклінен кейін алынатынын дәлелдейтін тәжірибе арқылы анықталуы мүмкін).

2 Құрамында гидрокарбонат немесе гидроскопиялық тұздары бар үлгілерге кептіру процедурасы және қоршаған орта температурасына дейін салқындатқаннан кейін тез өлшеу процедурасының ұзақ болуын қажет етеді.

А.9 Нәтижелер калькуляциясы

180 °С температурада кептіру жолымен алынған ерітілген қатты бөлшектердің (литріне мг) жалпы мөлшерін мынадай формула көмегімен есептеңіз:

$$\frac{m_C - m_B}{V_A} \times 10^6$$

мұндағы

m_C - кептірілген тұнба және тарелка салмағы (гр);

m_B - тарелкадағы салмағы (гр);

V_A - сүзілген үлгі көлемі (мл).

А.10 Әдіс нұсқалары

А.10.1 Қыздыру немесе кептіру температурасының түрлері

Кейбір мақсатта үлгілер 105 °С температурада кептіріледі немесе 180 °С температурасының орнына тұрақты салмаққа дейін 450 °С или 500 °С температурада қыздырылады. Осы нұсқалардың біреуін пайдалану кезінде осы факт нәтижесімен бірге көрсетілуі тиіс.

А.10.2 Құрамында магний және хлорид концентрациясы өте көп теңіз және тұзды сулар үлгілері

Осы заттарды қыздыру кезінде сутегі хлоридінің жоғалуымен және магний гидрохлоридінің туындауымен гидролизденеді. Тиісті процедураға мысалы ретінде [5] қараңыз.

Қосымша
(анықтама)

Библиография

[1] Lederer, C.M. және Shirley, V.S. *Изотоптар кестесі* (7-басылым), J. Wiley & Sons Inc., New York (1978), стр. 1523.
[2] Халықаралық радиологияны қорғау жөніндегі комиссия, 38-жарияланым, № 11-13, 1983, *Радионуклеидтік трансформациялар: энергиялар және лақтырынды қарқындылығы,* Pergamon Press, Oxford.
[3] Sumerling, T.J. и Darby, S.C. *Радиобелсенділіктің төменгі деңгейін анықтау үшін әзірленген тәжірибелік шоттар интерпретациясының статистикалық аспектілері,* NRPB-R113, Ұлттық радиологияны қорғау жөніндегі кеңес, UK (1981).
[4] Kocher, D.C. *Радиобелсенді ыдыраудың деректер кестесі*, DOE ITIC-11026, (1981).
[5] Morris, A.W. және Riley, J.P. Су тереңдігін зерттеу, №11 (1964), 899-бет.

ӘОС 613.31/.34 **МСЖ 13.060.050**

Негізгі сөздер: су, сапа, судың ластануы, тестлеу, анықтау, изотоптар, бета-бөлшектер, радиацияны өлшеу

Ескертпелер үшін



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Измерение общей бета-активности в питьевой воде

СТ РК ИСО 9697-2006

(ИСО 9697:1992 Качество воды. Измерение общей бета-(радио)активности в несоленой воде, (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета по техническому регулированию и метрологии

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 18 августа 2006 года № 357

3 Настоящий стандарт представляет идентичный текст ИСО 9697-92 «Качество воды. Измерение общей бета-(радио)активности в несоленой воде» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики Республики Казахстан, которые выделены в тексте курсивом.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2011год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Принцип действия	1
4	Реагенты	1
5	Оборудование	2
6	Отбор проб	3
7	Процедура	3
8	Выражение результатов	5
9	Точность	7
10	Контроль интерференции	8
11	Нормативные правила	9
12	Отчет о тестировании	10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды. Измерение общей бета-активности в питьевой воде

Дата введения 2007-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы для определения общей бета- активности в питьевой воде. Метод охватывает нелетучие β-активные радионуклеиды с β-максимальной энергией >03 MeV. В определение не включены β-генераторы очень низкой энергии, в т.ч. ^{3}H, C, ^{35}S и ^{241}Pu.

Настоящий метод применим к анализу сырых и питьевых вод, но неприменим напрямую к соленым или минерализированным водам без предварительной адаптации.

Размер образца ограничивается неорганическими компонентами воды и размером планшета, принимаемого в использование считывающим оборудованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована ссылка на следующие стандарты:

СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ 6709 - 72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия.

3 Принцип действия

Образец окисляется с целью стабилизации и высушивается практически до сухости, переводится в сульфатную форму и накаливается при температуре 350 °С. Часть осадка переводится в планшет и бета-(радио)активность, измеренной с помощью счетчика Гейгера, предварительно калиброванного относительно стандарта калия.

4 Реагенты

Реагенты должны иметь признаваемую аналитическую степень и содержать радиоактивность минимального фона.

Примечание - Метод для проверки представлен в п.10.1.

Издание официальное

4.1 Вода дистиллированная по *ГОСТ 6709.*

Для любого применения необходимо использовать дистиллированную или деионизированную воду.

Примечания

1 Дистиллированная (или деионизированная) вода, используемая для определений шаблонов непосредственно в методе, а также препарирование других

реагентов должны иметь более низкое радиоактивное содержание по сравнению с аналогичными параметрами наименьшего количества, обнаруженного в образцах.

2 Спецификация для некоторых смол обмена ионами определяет, что ^{30}Sr может присутствовать в смоле (и может быть вымыта). Если используется деионизированная вода, перед применением необходимо проверить все источники питания.

4.2 Источник эталона стандарта, хлорид калия, высушенный до постоянной массы при температуре 105 °С.

4.3 Концентрированная азотная кислота, 50 % *по действующим нормативным документам.*

С помощью воды разведите 100мл ± 5мл азотной кислоты *(р* = 1,42 гр/мл) до (200 ± 5) мл.

4.4 Концентрированная серная кислота, *ρ* — 1,84 гр/мл. *по действующим нормативным документам.*

4.5 Летучие органические растворители, метанол и ацетон *по действующим нормативным документам.*

5 Оборудование

Лабораторное оборудование, а также

5.1 Счетчик Гейгера низкого фона или другое считывающее устройство

Расстояние источника от детектора не должно превышать 10 мм (10 мм воздуха = 0,01 мг/мм^2 толщины). Детекторная система должна быть способной представлять толщину внешнего абсорбера для источника 7 мг·см$^{-2}$ ± 0,02 мг·мм$^{-2}$ ± 0,02 мг·мм$^{-2}$ (7 мг·см$^{-2}$ 2 мг·см$^{-2}$). Этого можно достичь с помощью конечного окна детектора или тонкого конечного окна с дополнительным абсорбером соответствующей толщины. Кроме того, какие-либо настройки по совпадению/несовпадению для снижения фона не должны влиять на эффективность системы для различных энергий выброса.

5.2 Планшеты (лотки), толщиной не менее 2,5 мг·мм$^{-2}$. Планшеты должны быть изготовлены из нержавеющей стали, а края планшетов должны плотно прилегать друг к другу. Это обеспечивает обратное рас-

сеивание насыщенности.

Примечания

1 Диаметр планшета для использования определяется требованиями счетчика, т.е. измерениями диаметра детектора и держателя источника.

2 ^{60}Co может быть обнаружен в качестве примеси, таким образом, оказывая влияние на значения фона, но не обязательно на образец или шаблон, т.к. активность будет поглощена осадком.

3 Необходим равномерно распределенный источник; некоторые специалисты считают, что легче работать на полированной металлической поверхности, а другие предпочитают использовать вытравленный или шероховатый планшет (для данных целей применяются пескоструйная обработка и химическое травление).

5.3 Муфельная печь, работающая при температуре (350 ± 10) °С.

5.4 Паровая баня по действующим нормативным документам.

6 Отбор проб

Добавьте (20±1) мл азотной кислоты на один литр образца для сбора в чистой полиэтиленовой бутылке, а затем соберите образец в соответствии *с СТ РК ГОСТ Р 51592*. Окисление минимизирует абсорбацию радиоактивности на стенках бутылок. Храните при температуре (4±2) °С и проведите анализ образца сразу после сбора материла.

Если необходимо измерить активность фильтрованного образца в воде, проведите фильтрацию сразу после сбора материала перед его окислением.

Примечание - Активность будет распределена между водными растворами и абсорбацией на твердом веществе. Таким образом, фильтрация должна проводиться перед окислением, которое может нарушить данное распределение.

7 Процедура

7.1 Предварительный этап

Примечание - Анализ необходимо проводить в зоне, где не используются радио-отслеживающие устройства.

Определите общее содержание твердых частиц в воде в соответствии с Приложением А. Учитывая изменения в составе вследствие нагревания при температуре 350 °С и сульфатирования осадков, рассчитайте объем необходимого образца для производства массы твердого осадка слегка больше 0,1A мг (где A – зона планшета (5.2) в квадратных миллиметрах).

7.2 Этап концентрации

В колбу переведите измеренное количество V в литрах (± 1) % образца по

п.6 таким образом, чтобы после нагревания осталось не менее 0,1 *A* мг осадка.

Примечание - Для сверх мягких вод, возможно, объем, необходимый для производства 0,1 *A* мг, несбыточно велик. В данных обстоятельствах, необходимо использовать наибольшее количество объема (см.также Примечание 12).

Тщательно выпарите вещество на горячей плите до уменьшения объема до 50 мл, а затем охладите.

Переведите концентрированный раствор в весовую чашу из диоксида кремния (глазурованного фарфора), предварительно разогретую при температуре 350°С. Тщательно вымойте колбу с минимальным количеством воды и переведите ополоснутый раствор в чашу.

Примечание - Если колба велика, удобней перевести ополоснутый раствор в меньшую колбу (например, 500 мл). Раствор затем может быть концентрирован до нижней массы для облегчения процедуры перевода раствора в чашу из диоксида кремния.

7.3 Этап сульфатирования

Убедитесь, что ополоснутый раствор в чаше охлажден, затем добавьте 1 мл (±20) % серной кислоты.

Примечание - В процессе высушивания и нагревания некоторые воды могут производить осадок, который не подходит для измерения радиоактивности, т.к. является гидроскопичным или труднорастворимым. Данный процесс сульфатирования подходит для многих образцов. Объем выбранной серной кислоты способен к сульфатированию приблизительно 1,8гр карбоната кальция. Для разрешения присутствия излишка кислоты, необходимо выбрать исходный объем образца так, чтобы общее содержание твердых частиц не превышало 1 гр (опыты с некоторыми водами могут показать отсутствие необходимости в данном этапе).

Тщательно выпарите содержание чаши до высушивания.

Во избежание разбрызгивания вещества, подвергните чашу нагреванию (инфракрасной лампой или аналогичным устройством) и продолжайте нагревание до появления пены серной кислоты. Затем переведите чашу на плиту нагревания и продолжайте нагревание до тех пор, пока пена не перестанет появляться на поверхности вещества.

Равномерно распределите осадок на планшете, разбавив его несколькими каплями летучего органического раствора и дайте ему высохнуть.

Примечание - Образец можно накрыть тонкой майларной пленкой.

7.4 Этап нагревания

Переведите чашу и содержимое в муфельную печь, нагревайте в течение часа при температуре (350±10) °С и дайте веществу охладиться в сушильном шкафу.

Взвесьте чашу и осадок, а с помощью разницы в массе *m* (мг) определите массу нагретого осадка.

7.5 Препарирование источника

Взвесьте 0,1 *A* мг (±1) % пепла на планшет. Если пепел крупный, размельчите его в ступке.

Если объем, использованный в п.7.2, содержит менее 0,1 А мг осадка, переведите максимально возможное количество осадка в планшет.

7.6 Этап считывания

Установите счетчик Гейгера или другой бета-счетчик согласно инструкциям производителей.

Измерьте активность на планшете посредством считывания показания устройства в течение продолжительного периода времени. Пусть показания счетчика равняются R_b s^{-1}.

Примечание - Продолжительность считывания зависит от образца и показания счета фона, а также от требуемой точности.

7.7 Определение фона

Измерьте активность фона с помощью идентичного чистого планшета по п.5.2. Пусть показания счетчика равняются R_0 s^{-1}. Повторенные считывания подтвердят стабильность фона.

7.8 Измерение эталонного источника

С помощью хлорида калия вместо пепла образца, проведите процедуру, описанную в пп.7.5 и 7.6. Пусть показания счетчика равняются R_s s^{-1}.

8 Выражение результатов

8.1 Расчет концентрации активности

Рассчитайте концентрацию активности *c* (беккерели на литр) раствора по уравнению:

$$c=R_n \times \frac{1}{\varepsilon_S} \times \frac{1}{V_p} \qquad (1)$$

где, c- бета-активность (беккерели на литр);

R_n - счетные показания образца в секунду, корректированные для показаний фона;

ε_S -дробная эффективность измерения стандарта ^{40}K;

V_p -объем образца (л), эквивалентного массе твердого вещества на планшете.

Таким образом,

$$R_n = R_b - R_o$$

где, R_b - счетные показания наблюдаемого образца в импульсах в секунду по п.7.6;

R_o - счетные показания фонового планшета в импульсах в секунду по п.7.7

а также,

$$\varepsilon_S = \frac{(R_S - R_o)}{0.1A \times 14.4} \times 1000$$

R_S - показания счетчика наблюдаемого образца в импульсах в секунду по п.7.8;

A - зона планшета в квадратных миллиметрах;

0,1A- масса твердого хлорида калия или пепла (мг) на планшете по п.7.8.

а также,

$$V_p = \frac{V}{m} \times 0{,}1A$$

где, V - объем образца в литрах по п.7.2;

m- масса (мг) нагретого осадка от объема V по п.7.4.

Таким образом, общее уравнение (1) приобретает вид

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 0{,}1A \times 14{,}4 \times m}{(R_S - R_0) \times 1000V \times 0{,}1A}$$

$$= \frac{(R_b - R_0) \times 14{,}4 \times m}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V}$$

Итоговое уравнение активности для *c* (беккерели на литр) приобретает вид:

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 14{,}4 \times m \times 1{,}02}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V} \qquad (2)$$

Примечание 16 Важно включить фактор 1,02 в итоговое уравнение для корректировки 20 мл азотной кислоты, добавленной на литр в качестве стабилизатора (см.п.6).

Если существует необходимость выразить радиоактивность образца с исключением показаний для ^{40}K, оцените его вклад, измерив содержание калия исходного образца. По результату рассчитайте активность, используя информацию в Примечании 15, и отнимите его от значения, полученного для *c*.

9 Точность

9.1 Отклонения от стандарта

Отклонение от стандарта s_c, связанного с активностью образца, корректированного для фона, рассчитывается по уравнению:

$$s_c = \sqrt{\frac{R_b}{t_b} + \frac{R_0}{t_0}} \times \frac{14,4 \times m \times 1,02}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V} \qquad (3)$$

где, t_b и t_0 - соответствующая продолжительность считывания образца и фона.

Отклонение от стандарта, связанное со считыванием стандартного источника хлорида калия, является незначительным по сравнению с показаниями образца, следовательно, результат должен быть обозначен отклонением от стандарта «исключительно вследствие ошибок считывания».

9.2 Лимит определения

Лимит детектирования, достигаемый в определении общей бета-активности, на предмет вероятности ошибки α или коэффициента k, должен рассчитываться до приближенной точности с помощью отношения:

$$c_{\min} = k \times \frac{a_S \times m \times 1,02}{(R_S - R_0) \times 1000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_0}{t_b}(1 + \frac{t_b}{t_0})} \qquad (4)$$

где a_s - специфическая активность стандарта (беккерели на грамм).

Предел детектирования зависит от неорганических компонентов воды, присутствующих радионуклеидов, используемого оборудования и продолжительности считывания показаний.

Результаты, представленные в Таблице 1, были получены с образцом тестирования ^{137}Cs (723 мБк·л$^{-1}$).

Продолжительность считывания зоны источника, данные считывания фона и степени свободы представлены в Таблице 2.

9.3 Чувствительность

Эффективность считывания варьируется приблизительно от 0,05 до 0,5 в зависимости от энергии бета-частиц. Использование ^{40}K в качестве стандарта ведет к переоценке радионуклеидов с β_{max}> 1,32 MeV и недооценке радионуклидов с более низким β_{max}.

Таблица 1

Лаборатория	Осадок		Предел детектирования мБк·л$^{-1}$
	mlV	$S \pm m/V$ [1)]	
AERE	522	1,4	40
LGC	578	2,8	70
WRC	535	2,5	114
AERE: Учреждение исследований атомной энергии (Харвелл) LGC: Лаборатория государственной химии (Лондон) WRC: Центр водных исследований (Стевенидж)			
[1)] См.п.7 для определения *m* и *V*.			

10 Контроль интерференции

10.1 Загрязнение

Проверьте загрязнение реагентов посредством испарения объемов, использованных в процедурах реагентов на отдельных планшетах. Убедитесь, что активности незначительны по сравнению с активностями образца. Проверьте загрязнение всей системы посредством обработки 1л ± 10 мл дистиллированной воды, окисленной с (20 ±1) мл азотной кислотой, к которой было добавлено 0,1 *A* мг кремнегеля класса хроматографического реагента, и измерьте данную активность. Ее можно сравнить с активностью прямой суспензии 0,1 *A* мг кремнегеля на счетном поддоне.

Снова убедитесь, что активность незначительна по сравнению с активностью образца. Если активность незначительна, выберите реагенты с более низкой радиоактивностью или включите определение шаблона в основную процедуру с использованием этапа для проверки загрязнения всей системы, представленной в первом параграфе данного подпункта вместо процедуры, описанной в п.7.7.

10.2 Потери активности

Очевидно, что некоторые радионуклеиды будут потеряны во время определения или не будут измерены с помощью данного метода. Например, ^{3}H, ^{14}C и некоторые S будут потеряны при выпаривании и нагревании.

Бета-генераторы низкой энергии не будут измерены (или будут измерены с очень низкой эффективностью) с 0,1 мг·мм^{2} (10 мг·см$^{-2}$) самоабсорбации и 0,07 мг·мм^{2} (7 мг·см$^{-2}$) внешней абсорбации. Из радионуклеидов в серии урана ^{222}Rn будет потерян во время обработки, но будут присутствовать бета-генерирующие дочерние элементы ^{214}Bi и ^{226}Ra.

Таблица 2

Лаборатория	Зона источника $см^2$	Время считывания s	Скорость считывания фона $с \cdot s^{-1}$	Эффект считывания до ^{40}K (считывание на рас-	Степени свободы (n-1)	Полученная	
						$мБк \cdot -^{1}$	%s
AERE	19,6	$1,2 \times 10^4$	0,014	0,29	5	370	6,9
LGC	20,3	$6x\ 10^4$	0,116	0,29	5	401	3,7
WRC	19,6	6×10^4	0,153	0,30	5	409	16,9

AERE: Учреждение исследований атомной энергии (Харвелл)
LGC: Лаборатория государственной химии (Лондон)
WRC: Центр водных исследований (Стевенидж)

10.3 Вариации ответной реакции системы

Примечание - Неизбежный эффект самоабсорбации выражается в вариации эффекта считывания, которая зависит от состава воды. Ответ системы на радионуклеиды, которые могут присутствовать, должен быть определен с помощью инъекции диоксида кремния или других шаблонных материалов с известными количествами растворов стандарта данных радионуклеидов. После тщательного просушивания и доведения до однородного состояния, можно препарировать и считывать источники толщиной 0,001 A $мг \cdot мм^{-2}$ (0,1 А $мг \cdot см^{-2}$). Затем можно рассчитать ответ счетчика как скорость считывания на единицу активности.

10.4 Контроль качества

Следуйте предложениям изготовителя в отношении контроля качества инструмента; подготовьте графики гарантии качества для стандартов хлорида калия по п. 7.8 и планшетов фона по п. 7.7, которые были считаны с каждым набором образцов.

Примечание - Работу оператора можно проверить посредством производства не менее шести источников считывания, препарированных из 1 л порций дистиллированной воды, к каждым из которых были добавлены известные количества хлорида калия. Добавленное количество должно быть достаточным для обеспечения не менее 0,1 A мг осадка после процедуры нагревания для подготовки источника к считыванию данных.

11 Нормативные правила

Убедитесь, что соблюдены все национальные и международные нормативные правила, касающиеся использования радиоактивных материалов и устранения радиоактивных отходов на территории страны применения.

12 Отчет о тестировании

Отчет о тестировании должен включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) всю информацию, необходимую для идентификации образца, включая продолжительность изъятия образца;

в) общее содержание бета-активности в беккерелях на литр до трех значимых цифр; если результат ниже предела детектирования по п.9.2, указать данный факт;

г) фактическое время и дату считывания, а также время изъятия образца;

д) любые значимые явления, наблюдаемые во время детектирования;

е) подробности каких-либо операций, не включенных в данный международный стандарт;

ж) любые условные этапы в процедуре, например, фильтрация образца.

Приложение А
(обязательное)

Общие растворенные твердые частицы (TDS), высушенные при температуре 180 °С

А.1 Рабочие характеристики метода

А.1.1 Определенное вещество

Нелетучее органическое и/или неорганическое вещество, которое не было удалено из воды путем фильтрации через мембранный фильтр с размером отверстий 0,45 μм.

А.1.2 Тип образца

Природные и загрязненные воды и определенные факторы, кроме морской воды или воды с высоким содержанием магния и хлорида (однако, см.А.10).

А.1.3 Основа метода

Фильтрация через мембранный фильтр. Масса растворенного вещества в фильтре определяется путем выпаривания, высушивания при температуре 180 °С и взвешивания также по п.А.10.

А.1.4 Спектр применения

Нижний предел зависит от чувствительности имеющихся весов. Реальный верхний предел отсутствует.

А.1.5 Отклонение от стандарта (см. Таблицу А.1)

Таблица А.1

Общее содержание растворенных твердых частиц, полученных при высушивании при температуре 180°С мг/л	Отклонение от стандарта (в наборе) мг/л	Степени свободы
569	5,32	9
343	5,54	9
202	2,89	9

А.1.6 Предел детектирования

Как указано, около 10 мг/л, однако зависит от используемых весов.

А.1.7 Чувствительность

Для 100 мл вещества каждые 10 мг/л общих растворенных твердых частиц соответствуют изменениям в массе 1 мг.

А.1.8 Погрешность

Погрешность не определена, но рассмотрение метода выявляет не-

большое отрицательное отклонение, а также зависимость от образца. Однако, погрешность может быть положительной, если образец содержит гидроскопичные соли. Некоторые органические компоненты могут сгореть, некоторые компоненты (например, соли аммония) могут улетучиться.

А.1.9 Интерференции

Специальные тесты не проводились, но воды, содержащие гидрокарбонат, могут потребовать более продолжительное высушивание при температуре 180°С для обеспечения полной конверсии гидрокарбоната в карбонат.

А.1.10 Необходимое для анализа время

Зависит от типа образца, обычно составляет один день.

А.2 Область применения

А. 2.1 Предмет действия

Данный метод определяет нелетучие органические и/или неорганические вещества, не удаленные из воды путем фильтрации через мембранный фильтр с отверстиями размером 0,45 μм.

А.2.2 Применимость

Данный метод применим к натуральным и загрязненным водам, а также некоторым сточным водам.

А.2.3 Определение общего содержания растворенных твердых веществ

Фильтр от определения взвешенного вещества (метод мембранной фильтрации) может быть использован для определения общего содержания растворенных твердых веществ по п. А.8.1, Примечание 20.

А.3 Принцип действия

Взвешенное вещество удаляется из измеренного объема образца путем фильтрации под сниженным давлением.

Фильтрат выпаривается на паровой бане до состояния сухости, затем высушивается при температуре 180 °С перед гравиметрическим определением общего содержания твердых веществ.

А.4 Интерференции

Образцы, содержащие гидрокарбонат и/или гидроскопичные соли.

А.5 Опасные условия

ПРЕДОСТОРЕЖЕНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ! Во время фильтрации при сниженном давлении необходимо использовать защитный экран.

А.6 Реагенты

Деионизованная вода или свежая дистиллированная вода.

А.7 Приборы

А.7.1 Мембранные фильтры эфира целлюлозы, 47 мм в диаметре с эффективным отверстием размером 0,45 μm.

А.7.2 Острый пинцет, для работы с мембранными фильтрами.

А.7.3 Прибор фильтрации, состоящий из отсоединяемой воронки фильтра, входящей в опорную плиту для мембранного фильтра.

А.7.4 Колба Бухнера, объемом 500 мл.

А.7.5 Мерный цилиндр, объемом 250 мл.

А.7.6 Сушильная печь, регулируемая при температуре (180 ± 2) °С.

А.7.7 Сушильный шкаф, содержащий самоопределяющий кремнегель.

А.7.8 Аналитические весы, со способностью взвешивания с точностью до ±0,1 мг.

А.7.9 Механический или водооткачивающий насос, для создания сниженного давления (2,6-3,3) кПа.

А.7.10 Паровая баня, с опорой для тарелок выпаривания.

А.7.11 Платиновые, стеклянные или фарфоровые тарелки для выпаривания, объемом 150 мл. Платиновые тарелки необходимо использовать, если в образце присутствуют фосфаты.

А.8 Аналитическая процедура

ВНИМАНИЕ! Для соблюдения техники безопасности фильтрация сниженным давлением должна производиться за защитным экраном.

А.8.1 С помощью острого пинцета по п. А.7.2, поместите мембранный фильтр по п. А.7.1 на опорной тарелке устройства фильтрации по п. А.7.3, увлажните фильтр дистиллированной водой и произведите сборку верхней части прибора. Ополосните мембранный фильтр три раза с помощью 50 мл дистиллированной воды, а такж0е мягко высушите фильтр между каждым ополаскиванием для удаления остатков воды. Удалите фильтрат (см.Примечания 19 и 20).

Примечания

1 Измерение удельной проводимости можно использовать в качестве руководства для получения приблизительного значения общего содержания растворенных твердых веществ. Однако, правильный фактор конверсии для тестируемого типа воды можно определить экспериментальным путем.

2 Если используется фильтрация по определению взвешенного вещества (метод мембранной фильтрации), перейдите к п. А.8.4.

А.8.2 Профильтруйте необходимый объем тщательно смешанного образца, чтобы фильтрат не содержал более 200 мг растворенных твердых частиц (см.Примечания 19 и 21).

Примечание - Излишек осадка в тарелке выпаривания может образовать водонепроницаемую корку.

Зафиксируйте объем образца, фильтрованного с помощью измерительного цилиндра по п. А.7.5. Допустим, это равно V_A мл.

А.8.3 После фильтрации образца ополосните мембранный фильтр (А.7.1) три раза с помощью 10 мл воды для удаления растворенных твердых частиц, которые могли остаться на фильтре. Добавьте ополоснутый

раствор в фильтрат образца.

А.8.4 Высушите чистую тарелку выпаривания по п. А.7.11 при температуре (180 ± 2) °С в течение 1 часа, охладите в сушильном шкафу по п. А.7.7 и взвесьте с точностью до 0,1 мг. Допустим, эта масса равна m_B гр.

А.8.5 По частям переведите смесь фильтрата и ополоснутого раствора в выпарительную чашку и выпарить раствор в паровой бане по п. А.7.10 до состояния сухости посредством верхнего инфракрасного нагревания.

А.8.6 Когда вся вода испарится из фильтрата образца, перенесите тарелку выпаривания в сушильную печь по п. А.7.6 и высушите до постоянной массы (см.Примечания 22 и 23) при температуре (180 ± 2) °С. Охладите в сушильном шкафу и взвесьте. Пусть данная масса равна m_C гр.

Примечания

1 Постоянная масса получается при расхождении масс на 0,5 мг или меньше после последовательных этапов высушивания и взвешивания. (Если масса может быть определена путем опыта, доказывающего, что для некоторых видов образца постоянная масса получается после двух циклов высушивания и ополаскивания, необходим только один цикл).

2 Образцы, содержащие гидрокарбонат или гидроскопичные соли, требуют более продолжительной процедуры высушивания и быстрого взвешивания после охлаждения до температуры окружающей среды.

А.9 Калькуляция результатов

Рассчитайте общее количество растворенных твердых частиц (мг на литр), полученных путем высушивании при температуре 180 °С с помощью формулы

$$\frac{m_C - m_B}{V_A} \times 10^6$$

где

m_C - масса высушенного осадка и тарелки (гр);

m_B - масса в тарелке (гр);

V_A - объем фильтрованного образца (мл).

А.10 Варианты метода

А.10.1 Вариации нагревания или высушивающей температуры

Для некоторых целей образцы высушиваются при температуре 105 °С или нагреваются при температуре 450 °С или 500 °С до постоянной массы вместо температуры 180 °С. При использовании одного из данных вариантов, данный факт должен быть указан вместе с результатом.

А.10.2 Образцы морской и солоноватой воды, содержащие высокие концентрации магния и хлорида

При нагревании данные вещества гидролизуются с потерей хлорида водорода и образованием гидрохлорида магния. См. [5] как пример соответствующей процедуры.

Приложение
(справочное)

Библиография

[1] Lederer, C.M. и Shirley, V.S. *Таблица изотопов* (7-ое издание), J. Wiley & Sons Inc., New York (1978), стр. 1523.
[2] Международная комиссия по защите радиологии, публикация 38, № 11-13, 1983, *Радионуклеидные трансформации: энергии и интенсивность выбросов,* Pergamon Press, Oxford.
[3] Sumerling, T.J. и Darby, S.C. *Статистические аспекты интерпретации экспериментов счета, разработанных для определения низких уровней радиоактивности,* NRPB-R113, Национальный совет по защите радиологии, UK (1981).
[4] Kocher, D.C. Таблицы данных радиоактивного распада, DOE ITIC-11026, (1981).
[5] Morris, A.W. и Riley, J.P. Глубоководное исследование, №11 (1964), стр.899.

УДК 613.31/.34 **МКС 13.060.050**

Ключевые слова: вода, качество, загрязнение воды, тестирование, определение, изотопы, бета-частицы, измерение радиации.

gost.e-ecolog.ru