ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 9696-2010

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Измерение общей альфа-активности в питьевой воде. Метод толстослойного источника

ЯКАСЦЬ ВАДЫ

Вымярэнне агульнай альфа-актыўнасці ў пітной вадзе. Метад тоўстаслойнай крыніцы

(ISO 9696:2007, IDT)

Издание официальное

БЗ 2-2010

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.161.1:543.3(083.74)(476) МКС **13.060.60**; 17.240 КП 06 IDT

Ключевые слова: качество воды, альфа-активность, толстослойный источник, вода питьевая, образец сравнения стандартный, отбор проб, активность объемная

Предисловие

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

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

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 15 февраля 2010 г. № 3

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 9696:2007 Water quality. Measurement of gross alpha activity in non-saline water. Thick source method (Качество воды. Измерение общей альфа-активности в питьевой воде. Метод толстослойного источника).

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

Перевод с английского языка (en).

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на международные стандарты актуализированы.

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

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВЗАМЕН СТБ ИСО 9696-2004

© Госстандарт, 2010

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

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Обозначения, определения и единицы измерений 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и оборудование 2
6 Порядок работы 4
7 Проверка загрязнения 6
8 Обработка результатов 7
9 Протокол испытаний 8
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам 9
Библиография 10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Измерение общей альфа-активности в питьевой воде. Метод толстослойного источника

ЯКАСЦЬ ВАДЫ
Вымярэнне агульнай альфа-актыўнасці ў пітной вадзе. Метад тоўстаслойнай крыніцы

Water quality
Measurement of gross alpha activity in non-saline water.
Thick source method

Дата введения 2010-07-01

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

ВНИМАНИЕ – Необходимо, чтобы испытания, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, выполнялись персоналом, прошедшим соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения в питьевой воде общей (суммарной) активности альфа-излучающих радионуклидов, нелетучих при 350 °С. Определение летучих радионуклидов возможно косвенным путем по дочерним радионуклидам путем удержания летучих компонентов в матрице и длительности измерений (времени счета).

Метод применяется для воды из природных водоисточников, предназначенных для потребления человеком (людьми).

Область применения зависит от количества растворенного вещества в воде и рабочих характеристик счетчика (скорость счета фона и эффективность счета).

2 Нормативные ссылки

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

ISO 31-9:1992 Параметры и единицы измерения. Часть 9. Атомная и ядерная физика

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

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

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

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

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

Издание официальное

3 Обозначения, определения и единицы измерений

В настоящем стандарте применяют обозначения, определения и единицы измерений по ISO 31-9, а также следующие обозначения:

V_t – объем пробы, л;

V – объем пробы для испытаний, эквивалентный массе осадка на планшете, л;

m – масса полученного осадка из объема пробы V, мг;

m_r – масса осадка, помещенного на планшет, мг;

A – альфа-активность калибровочного источника, Бк;

c_A – объемная альфа-активность, Бк/л;

t_0 – время счета фона, с;

t_g – время счета образца, с;

r_0 – скорость счета фона, $с^{-1}$;

r_g – общая скорость счета образца, $с^{-1}$;

r_s – скорость счета калибровочного источника, $с^{-1}$;

ε – эффективность счета калибровочного источника;

S – площадь планшета, $мм^2$;

$u(c_A)$ – стандартная неопределенность результата измерения, Бк/л;

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

c^*_A – порог принятия решения, Бк/л;

$c^{\#}_A$ – предел обнаружения, Бк/л;

$c^{\triangleleft}_A, c^{\triangleright}_A$ – нижняя и верхняя границы доверительного интервала, Бк/л.

4 Сущность метода

Общую активность альфа-излучающих радионуклидов определяют с помощью пропорционального счета или счета сцинтилляций водного осадка, размещенного на планшете. Из-за сильного поглощения размещенного осадка предполагается, что эмиссия альфа-излучения от поверхности пропорциональна альфа-активности осадка.

Определение общей альфа-активности является не абсолютным определением содержания альфа-излучающих радионуклидов в пробе, а относительным определением, относящимся к определенному альфа-излучателю, который представляет собой стандартный калибровочный источник. Этот тип определения также известен как альфа-определение.

Пробу подкисляют для стабилизации, упаривают почти досуха, переводят в сульфатную форму и затем прокаливают при 350 °С. Часть осадка переносят на планшет и измеряют общую (суммарную) альфа-активность на приборе с детектором альфа-частиц или счетной системе, предварительно откалиброванной по альфа-излучающему стандарту.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Реактивы

За исключением сертифицированного стандартного раствора, реактивы должны быть известной аналитической чистоты и не должны содержать какой-либо измеримой альфа-активности.

Примечание – Метод для проверки чистоты подготовленных реактивов приведен в разделе 7.

5.1.1 Дистиллированная или деионизированная вода для всех применений.

5.1.2 Сертифицированный стандартный раствор

Калибровочная лаборатория устанавливает прослеживаемость собственных эталонов к Международной системе единиц (СИ) посредством неразрывной цепи калибровок или сличений, связывающих их с соответствующими первичными эталонами единиц измерения СИ. Точная связь к единицам СИ может быть достигнута ссылкой на национальные эталоны. Национальные эталоны могут быть первичными, непосредственно реализующими единицы СИ или воспроизводящими единицы СИ, основанные на фундаментальных физических константах, по согласованию. Национальные эталоны могут быть вторичными, являющимися эталонами, калиброванными другим национальным метрологическим институтом. При использовании сторонних услуг по калибровке прослеживаемость измерения должна быть гарантирована путем использования калибровочных услуг тех лабораторий, которые могут продемонстрировать свою компетентность, измерительные возможности и прослеживаемость. Серти-

фикаты калибровки, выдаваемые этими лабораториями, должны содержать результаты измерения, включая неопределенность измерения и (или) установление соответствия с определенными метрологическими требованиями.

Выбор альфа-излучающего стандарта будет зависеть от знания типа радиоактивного загрязнителя, который присутствует в проверяемых водах. По существу, это выбор между природными и искусственными альфа-излучателями.

В качестве стандартных растворов обычно используют искусственные альфа-излучающие радионуклиды ^{241}Am и ^{239}Pu. При использовании ^{239}Pu необходимо учитывать присутствие примеси ^{241}Pu, поскольку это приводит к накоплению ^{241}Am в стандартных растворах. При использовании ^{241}Am должны быть приняты во внимание потенциальные интерференции его гамма-излучения или перекрестная связь «альфа – бета» [1].

Примечания

1 Сертифицированная природная урановая смесь или образец известного изотопного состава имеют одно бесспорное преимущество: его удельная активность может быть рассчитана на основании общепринятых физических констант и данных по изотопному составу, которые не зависят от калибровочных процедур какой-либо организации.

2 Кроме того, энергии альфа-излучающих нуклидов урановой смеси меньше, чем энергии искусственных трансурановых нуклидов. Это приводит к завышению результатов по трансурановым элементам при использовании уранового стандарта. Некоторые авторитетные исследователи предпочитают ошибаться в большую сторону, завышая результат в ситуациях, когда истинный состав не известен.

5.1.3 Азотная кислота, $c(HNO_3)$ = 8 моль/л.

5.1.4 Серная кислота, $c(H_2SO_4)$ = 18 моль/л, ρ = 1,84 г/мл, массовая доля $w(H_2SO_4)$ = 95 %.

5.1.5 Летучие органические растворители: метанол и ацетон.

5.1.6 Винилацетат.

5.1.7 Сульфат кальция, $CaSO_4$.

Соли кальция могут содержать следовые количества ^{226}Ra и (или) ^{210}Pb, поэтому должна быть проведена проверка наличия этих радионуклидов.

5.2 Оборудование

5.2.1 Обычное лабораторное оборудование

5.2.2 Альфа-счетчик

Для измерения альфа-активности используется либо детектор на основе активированного серебром сульфида цинка, либо кремниевый поверхностно-барьерный детектор (SSB), либо газопроточный пропорциональный счетчик (безоконный либо с окном толщиной $\leq$ 100 мкг/см$^{-2}$).

Если используется газопроточный пропорциональный счетчик, то выбирается окно для альфа-излучения таким образом, чтобы наложение бета-альфа было близко к нулю.

Если используется безоконный газопроточный пропорциональный счетчик, то необходимо регулярно выполнять проверку на возможность загрязнения счетной системы путем измерения холостой пробы.

Примечание – Некоторые измеряемые образцы природного происхождения могут загрязнять счетную систему, если процесс проводится в вакуумируемой (как в случае с SSB) или продуваемой газом системе (как в случае использования пропорционального счетчика).

5.2.3 Планшеты (счетные кюветы) толщиной не менее 2,5 мг·мм$^{-2}$ (250 мг·см$^{-2}$), изготовленные из нержавеющей стали и имеющие бортик.

Примечания

1 Диаметр используемого планшета определяется требованиями счетчика, т. е. диаметром детектора и размерами держателя кюветы.

2 Образец должен быть равномерно распределен по поверхности кюветы. Некоторые специалисты считают, что проще проводить испытания на полированной металлической поверхности планшета, тогда как другие предпочитают использовать протравленный или шероховатый планшет (для этой цели используется пескоструйная обработка и химическое травление).

5.2.4 Муфельная печь, поддерживающая температуру (350 $\pm$ 10) °С.

6 Порядок работы

6.1 Отбор проб

Отбор проб, подготовку и хранение проб воды проводят в соответствии с ISO 5667-1, ISO 5667-3 и ISO 5667-14.

Проводят фильтрование после отбора пробы и до подкисления, если требуется измерение активности отфильтрованной пробы воды.

Примечание – Подкисление сводит к минимуму потери радиоактивного материала из раствора за счет абсорбции. Однако следует учесть, что при проведении подкисления перед фильтрованием радиоактивные вещества, уже абсорбированные на макрочастицах, будут десорбированы в раствор.

6.2 Подготовительные мероприятия

Для определения наименьшего объема воды, необходимого для анализа, определяют содержание общего количества растворенных в воде твердых веществ. Учитывая поправку на изменения в составе из-за озоления при 350 °С и сульфатации осадка, вычисляют объем пробы, необходимый для получения массы твердого остатка, превышающей R, по формуле

$$R = \frac{m_r}{S} \geq 0{,}1. \qquad (1)$$

Данное выражение используется как руководство по выбору необходимого объема пробы, за которым следует стадия концентрирования. Анализ должен производиться в помещении, где не хранятся радиоактивные вещества.

6.3 Концентрирование

Измеренный объем V, л, (±1 %) воды, выбранный таким образом, чтобы после прокаливания значение R было более 0,1, переносят в стакан.

При анализе слабоминерализованных вод может оказаться, что объем, необходимый для получения $R > 0{,}1$, является непомерно большим. В этом случае должен использоваться наибольший реальный объем или должны быть добавлены соли кальция.

Осторожно упаривают пробу на горячей плите до минимального объема (приблизительно 50 мл) и затем дают пробе остыть.

Переносят концентрированный раствор из стакана во взвешенную и предварительно выдержанную при 350 °С кварцевую (или глазурованную фарфоровую) чашку. Стакан тщательно промывают небольшим количеством воды, смывные воды переносят в ту же чашку.

Примечание – Если стакан большой, то можно перенести смывные воды в меньший стакан. Смывные воды упаривают до минимального объема и переносят в кварцевую чашку.

6.4 Сульфатация

В охлажденный раствор пробы добавляют 1 мл (±20 %) серной кислоты (5.1.4).

При высушивании и прокаливании некоторых водных проб образуются гигроскопичные или трудно диспергируемые осадки, которые неприменимы для измерения радиоактивности. Применение сульфатации позволяет исключить подобные трудности. Даже небольшим объемом серной кислоты (5.1.4) можно сульфатировать около 1,8 г карбоната кальция. Применяя заведомо избыточный объем кислоты, начальный объем пробы следует выбрать таким, чтобы полное содержание солей не превышало 1 г (опыт работы с некоторыми водами показал необязательность этого шага).

Осторожно упаривают содержимое чашки до сухого состояния.

Во избежание разбрызгивания нагревание проводят под инфракрасной или обычной лампой до прекращения выделения паров серной кислоты. Затем чашку переносят на горячую плитку и продолжают нагревать до полного прекращения выделения паров.

6.5 Прокаливание

Помещают чашку с содержимым в муфельную печь (5.2.4), прокаливают в течение 1 ч при (350 ± 10) °С, затем охлаждают в эксикаторе. Отмечают в журнале время и дату окончания прокаливания.

Взвешивают чашку с осадком и получают массу озоленного осадка m, мг.

6.6 Подготовка счетного образца

Взвешивают осадок на планшете до получения значения R выше 0,1. Если осадок не мелкодисперсный, растирают ее в ступке пестиком.

Если из использованного по 6.3 объема V получено значение R меньше чем 0,1, то весь осадок по возможности без потерь переносят на планшет.

На эффективность счета альфа-частиц существенно влияет толщина счетного образца [2], отсюда следует, что либо стандартный источник для калибровки счетной системы должен быть той же массы m_r, что и счетный образец, либо процедура должна быть повторена с добавлением солей кальция в исходную пробу воды, чтобы достигнуть той же массы, что и калибровочный источник.

Добавляют к осадку несколько капель легколетучего органического растворителя (5.1.5), равномерно распределяют суспензию по планшету, высушивают. Отмечают в журнале дату и время приготовления счетного образца. Взвешивают планшет с осадком снова, чтобы убедиться, что осадок не был потерян.

Так как на эффективность счета альфа-частиц существенно влияет толщина образца, то важно равномерно распределить осадок по планшету. Можно добавить поливинилацетат (ПВА) (5.1.6) к суспензии [например, 1 г ПВА растворяют в 100 мл (+5 %) растворителя] для лучшего связывания осадка во время испарения.

6.7 Измерение

Счетное устройство (5.2.2) готовят к работе в соответствии с инструкциями изготовителя.

Сразу после высушивания счетного образца начинают измерение активности на планшете (5.2.3) в течение соответствующего времени. Отмечают в журнале время, дату и продолжительность измерений.

Длительность измерений зависит от скорости счета образца, скорости счета фона, а также от предела обнаружения и требуемой точности.

Примечание – Повторные измерения в течение одного месяца могут показать накопление дочерних радионуклидов от изотопов радия. Интерпретация таких данных может быть усложнена присутствием радионуклидов ряда урана и (или) тория. При обычных естественных уровнях увеличение активности редко проявляется, особенно когда длительность измерения велика. Однако после месяца счетные образцы, полученные из природной воды с высоким содержанием природного ^{226}Ra, могут показывать увеличение активности в четыре раза от первоначального счета.

6.8 Определение уровня фона

Измеряют фоновую радиоактивность, используя чистый планшет (5.2.3). Проводят повторные измерения для проверки стабильности уровня фона.

6.9 Приготовление калибровочного источника

Аккуратно взвешивают примерно 2,5 г сульфата кальция (5.1.7), помещенного в химический стакан вместимостью 150 мл. Осторожно добавляют 10 мл (±1 %) горячей азотной кислоты (5.1.3), перемешивают до растворения осадка и доводят объем до 100 мл прибавлением горячей воды (5.1.1).

Добавляют точно известное количество (от 5 до 10 Бк) соответствующего стандартного раствора.

Переносят раствор в кварцевую или фарфоровую чашку вместимостью 200 мл (предварительно прокаленную при 350 °С), взвешивают с точностью ±0,001 г. Нагревают раствор под инфракрасной лампой до полного высыхания образующегося осадка.

Прокаливают сухой осадок в муфельной печи (5.2.4) при (350 ± 10) °С в течение 1 ч.

Рассчитывают удельную активность $CaSO_4$, Бк/г, используя массу прокаленного осадка и величину активности добавленного стандартного раствора (^{241}Am, ^{239}Pu или U природного изотопного состава).

Измельчают [и растирают пестиком в ступке (при необходимости)] сухой осадок до получения мелкодисперсной массы.

ВНИМАНИЕ – В результате этой процедуры получается тонкодисперсный сухой порошок, содержащий альфа-излучающие радионуклиды. Случайное вдыхание (проглатывание) радиоактивных частиц должно быть исключено. Рекомендуется использовать специальный закрытый шкаф с перчатками для приготовления подобных образцов. Как альтернативный вариант, может быть использован лабораторный вытяжной шкаф при условии исключения ненормированного переноса мелкодисперсных частиц в атмосферу при работе и в случае аварии.

Готовят планшет (5.2.3) для измерения, как и при приготовлении счетных образцов.

Измеряют калибровочные источники на альфа-детекторе (5.2.2).

6.10 Чувствительность и систематическая погрешность (смещение)

Они зависят от количества неорганических материалов в воде, характеристик детектора и присутствующих радионуклидов.

Поскольку результат измерения будет выражаться как активность, эквивалентная выбранному калибровочному стандарту, выбор стандарта должен быть сделан тщательно, чтобы минимизировать погрешность измерения. Данные по эффективности счета, полученные на активированном серебром цинк-сульфидном сцинтилляционном детекторе для некоторых радионуклидов, приводятся в таблице 1.

Таблица 1 – Пример данных по эффективности счета

Радионуклид		Максимальная энергия альфа-излучения, МэВ	Эффективность счета [a, b], %
^{252}Cf		6,1	13,0
^{241}Am		5,5	11,0
^{239}Pu		5,1	7,1
U (природного изотопного состава)	^{238}U	4,2	6,4
	^{234}U	4,8	
	^{235}U	4,4	

[a] Значение эффективности счета зависит от присутствующих в осадке радионуклидов, подготовки проб и используемых детекторов.

[b] Чувствительность и систематическая погрешность измерения, полученные при использовании различных радиоактивных стандартов, приведены в настоящей таблице с рассчитанной эффективностью для постоянного размера источника с увеличивающейся энергией альфа-частиц.

6.11 Оптимизация измерения

Так как альфа-частицы абсорбируются веществом, необходимо оптимизировать толщину счетного образца. Для данного метода оптимальная толщина счетного образца должна составлять > 0,1 мг·мм$^{-2}$ (10 мг·см$^{-2}$).

Тем не менее даже при соблюдении этого условия анализируемый и стандартный образцы должны быть максимально подобными по составу, плотности, распределению активности и т. д.

7 Проверка загрязнения

7.1 Общее

Проверяют используемые реактивы на наличие радиоактивных примесей упариванием реактивов в объеме, предусматриваемом в методике на планшете (5.2.3). Проверяют возможность загрязнения при проведении полного цикла анализа. Для этого берут 1 л ± 10 мл дистиллированной воды (5.1.1), подкисленной 20 мл азотной кислоты (5.1.3), добавляют 0,1*RS* ± 1 мг хроматографически чистого силикагеля и измеряют активность. Сравнивают активность этого образца с активностью суспензии 0,1*RS* ± 1 мг силикагеля, нанесенного на чистую счетную кювету (5.2.3). Снова убеждаются, что активность полученных образцов пренебрежимо мала по сравнению с активностью анализируемых образцов.

Если активность полученных образцов значительно отличается от активности проб, выбирают реактивы с более низкой активностью или включают холостое определение в основной процесс, используют процедуру проверки загрязнения всей системы, описанную в первом абзаце настоящего подраздела.

7.2 Потери изотопов радона

Некоторые радионуклиды при использовании данного метода могут быть потеряны за счет термической обработки проб. Так, например, радионуклид уранового ряда ^{222}Rn будет потерян во время процесса, но за счет присутствующего в пробе ^{226}Ra активность счетного образца постепенно будет увеличиваться с накоплением альфа- и бета-излучающих дочерних продуктов. Подобный эффект проявляется и с радионуклидами ряда ^{232}Th.

7.3 Потери полония

Некоторые альфа-излучающие изотопы полония, являющиеся членами уранового и ториевого рядов, могут вносить значительный вклад в общую альфа-активность в некоторых природных водах. Температура возгонки полония и некоторых его соединений, особенно галогенидов, относительно низкая, что может привести к потерям в процессе подготовки образцов (например, [3] и [4]). Нитраты и сульфаты полония устойчивы по меньшей мере при температуре от 400 °С до 500 °С, таким образом, потери полония исключены в пробах, подвергавшихся подкислению азотной кислотой и сульфатации.

8 Обработка результатов

8.1 Вычисление объемной активности

Объемная активность воды c_A, Бк/л, может быть получена по формуле

$$c_A = (r_g - r_o) / V \cdot \varepsilon = (r_g - r_o) \cdot w, \quad (2)$$

где $w = 1 / V \cdot \varepsilon$.

Эффективность счета вычисляют по формулам:

$$\varepsilon = \frac{r_s - r_o}{A} \cdot 1000, \quad (3)$$

$$V = \frac{V_t}{m} \cdot m_r. \quad (4)$$

8.2 Стандартная неопределенность

Согласно GUM (см. также ISO 11929) суммарную неопределенность c_A вычисляют по формуле

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 \cdot \left[u^2(r_g) + u^2(r_o)\right] + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot (r_g / t_g + r_o / t_o) + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \quad (5)$$

Стандартная неопределенность времени счета незначительна, и относительную стандартную неопределенность величины w вычисляют по формуле

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(\varepsilon) + u_{rel}^2(V). \quad (6)$$

Относительную стандартную неопределенность величины ε вычисляют по формуле

$$u_{rel}^2(\varepsilon) = u_{rel}^2(r_s - r_o) + u_{rel}^2(A) = (r_s / t_s + r_o / t_o) / (A \cdot \varepsilon)^2 + u_{rel}^2(A), \quad (7)$$

где $u_{rel}^2(A)$ – включает все неопределенности, связанные с активностью калибровочного источника: сертификатом калибровки, приготовлением стандартного раствора и добавлением стандарта к калибровочному источнику.

Относительную стандартную неопределенность величины V вычисляют по формуле

$$u_{rel}^2(V) = u_{rel}^2(V_t) + u_{rel}^2(A) + u_{rel}^2(m). \quad (8)$$

Для вычисления типичных пределов (см. ISO 11929) необходима $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$, т. е. суммарная стандартная неопределенность c_A, как функция ее действительного значения $\tilde{c}_A$, вычисленная по формуле

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \cdot \left[(\tilde{c}_A / w + r_o) / t_g + r_o / t_o\right] + \tilde{c}_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \quad (9)$$

8.3 Порог принятия решения

Порог принятия решения c_A^*, Бк/л, вычисляют из выражения (9) для $\tilde{c}_A = 0$ (см. ISO 11929)

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{r_o / t_g + r_o / t_o}, \quad (10)$$

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

8.4 Предел обнаружения

Предел обнаружения $c_A^{\#}$, Бк/л, вычисляют по формуле (см. ISO 11929)

$$c_A^{\#} = c_A^{*} + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}_c(c_A^{*}) = c_A^{*} + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \cdot \left[(c_A^{\#} / w + r_o) / t_g + r_o / t_o\right] + c_A^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)}\,, \quad (11)$$

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

Предел обнаружения может быть вычислен решением формулы (11) для $c_A^{\#}$ или более простой итерацией с начальной аппроксимацией $c_A^{\#} = 2 \cdot c_A^{*}$.

Когда принимают $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$, решение формулы (11) приводит к формуле (12)

$$c_A^{\#} = \frac{2 \cdot c_A^{*} + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}\,. \quad (12)$$

8.5 Границы доверительного интервала

Нижнюю $c_A^{\triangleleft}$ и верхнюю $c_A^{\triangleright}$ границы доверительного интервала вычисляют, используя формулы (13) и (14) (см. ISO 11929):

$$c_A^{\triangleleft} = c_A - k_p \cdot u(c_A);\ p = \omega \cdot (1 - \gamma / 2), \quad (13)$$

$$c_A^{\triangleright} = c_A + k_g \cdot u(c_A);\ g = 1 - \omega \cdot \gamma / 2, \quad (14)$$

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

$1 - \gamma$ – вероятность для доверительного интервала измеряемой величины.

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

$$c_A^{\triangleleft},\ c_A^{\triangleright} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(c_A), \quad (15)$$

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

9 Протокол испытаний

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

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю информацию, необходимую для идентификации образца, включая продолжительность пробоподготовки;

c) единицы, в которых выражается результат;

d) результат испытаний $c_A \pm u(c_A)$ или $c_A \pm U$ с коэффициентом охвата k.

Может быть предусмотрена дополнительная информация:

e) вероятности α, β и $(1 - \gamma)$;

f) порог принятия решения и предел обнаружения;

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

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

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

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

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 5667-14:1998 Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращение с ними	IDT	СТБ ИСО 5667-14-2002 Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб воды и обращении с ними
ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий	IDT	СТБ ИСО/МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Библиография

[1] SEMKOW, T.M. and Parekh, P.P. Principles of gross alpha and beta radioactivity detection in water. Health Physics, 81, 2001, pp. 567 – 574
(Принципы определения общей альфа- и бета-радиоактивности в воде)

[2] Semkow, T.M., Bari, A., Parekh, P.P., Haines, D.K., Gao, H., Bolden, A.N., Dahms, K.S., Scarpitt, S.C., Thern, R.E., Velazquez, S. Experimental investigation of mass efficiency curve for alpha radioactivity counting using a gas-proportional detector, Applied Radiation and Isotopes, 60, 2004, pp. 879 – 886
(Экспериментальное исследование кривой массовой эффективности для подсчета альфа-радиоактивности с использованием пропорционального газового детектора. Прикладная радиация и изотопы, 60, 2004, с. 879 – 886)

[3] Bagnall K.W. *Chemistry of the rare radio elements*, Butterworth Scientific Publ. (1957), pp 39,64 et seq., 77 et seq.
(Химия редких радиоактивных элементов. Журнал прикладной физики. Радиоактивность и изотопы 29 (1978), с. 531 – 536)

[4] Eakins J.D. and Morrison R.T. *Int.J. of App./ Rad and Isot.* 29 (1978), pp. 531 – 536
(Журнал прикладной физики. Радиоактивность и изотопы 29 (1978), с. 531 – 536)

[5] ISO 3696 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods
(Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний)

[6] ISO 11929 Determination of the detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements
(Определение предела обнаружения и порога принятия решения при измерениях ионизирующего излучения)

[7] ISO/IEC Guide 99 International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM)
[Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и термины (VIM)]

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 09.03.2010. Подписано в печать 15.04.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,62 Уч.- изд. л. 0,72 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552634 от 17.11.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru