ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 9697-2016

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Общая бета-активность в питьевой воде
Метод толстослойного источника

ЯКАСЦЬ ВАДЫ

Агульная бэта-актыўнасць у пітной вадзе
Метад таўстаслойнай крыніцы

(ISO 9697:2015, IDT)

Издание официальное

Госстандарт

Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.1.033(083.74)(476) МКС 13.060.60; 13.280 КП 06 IDT

Ключевые слова: качество воды, бета-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 техническим комитетом по стандартизации ТК BY 6 «Стандартизация в области метрологии»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 26 октября 2016 г. № 83

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 9697:2015 Water quality – Gross beta activity in non-saline water – Test method using thick source (Качество воды. Общая бета-активность в пресной воде. Метод испытания с применением толстослойного источника).

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

Перевод с английского языка (en).

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

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

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

В стандарт внесено следующее редакционное изменение:

– наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта с целью применения общепринятой в Республике Беларусь терминологии.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВЗАМЕН СТБ ISO 9697-2010

© Госстандарт, 2017

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

Издан на русском языке

Введение

В окружающей среде присутствуют радиоактивные вещества природного и техногенного происхождения. Так, например, вода (поверхностная вода, подземные и сточные воды) может содержать различные радионуклиды как природного, так и техногенного происхождения:

– природные радионуклиды, включая калий-40, продукты радиоактивного распада тория и урана, в частности радий-226, радий-228, уран-234, уран-238, свинец-210, присутствуют в воде вследствие природных процессов (например, десорбция из почвы и инфильтрация дождевой воды). Кроме того, они также могут попадать в воду в результате технологических процессов при переработке природных радиоактивных материалов (например, в горнорудной промышленности, при переработке солей или производстве и использовании удобрений);

– техногенные радионуклиды, такие как трансурановые элементы (америций, плутоний, кюрий), тритий, углерод-14, стронций-90, и некоторые гамма-излучающие радионуклиды могут присутствовать в природных водах в малых количествах в результате разрешенных сбросов атомных станций в окружающую среду. Они попадают в окружающую среду в результате их использования в медицине и промышленности вследствие неправильного хранения и негерметичности упаковки. Их можно обнаружить в воде в результате выпадения радиоактивных осадков из атмосферы, куда они попадают в результате испытаний ядерных устройств, а также в случае аварий на атомных станциях наподобие Чернобыля и Фукусимы.

Таким образом, питьевая вода может содержать природные и техногенные радионуклиды, и ее употребление может приводить к угрозе здоровью людей. Оценку качества питьевой воды (включая минеральную и ключевую воду) проводят в соответствии с рекомендациями Всемирной Организации Здравоохранения (далее – ВОЗ), которые учитываются национальными властями и включают в себя определение содержания радионуклидов в воде, а также мероприятия по сокращению рисков здоровью и меры по снижению радиоактивности водных источников (подземные воды, реки, озера и пр.).

Настоящий стандарт применяют для определения общей бета-активности проб воды в испытательных лабораториях, работающих в области радиационного контроля питьевой воды и аккредитованных соответствующим национальным органом.

Рекомендованное значение общей бета-активности в питьевой воде, в соответствии с рекомендациями ВОЗ, составляет 1 Бк/л [1]. Если данное значение не превышено, то годовая эффективная доза не будет превышать 0,1 мЗв в год. В случае если общая бета-активность превышает рекомендованное значение, необходимо определить присутствующие в воде радионуклиды и измерить их удельные активности. Определение общей бета-активности, если в качестве метода концентрирования применяют выпаривание, включает измерение калия-40 – природного бета-излучателя, который присутствует в стабильном калии в определенном фиксированном соотношении. Если измеренная общая бета-активность выше 1 Бк/л, необходимо определить содержание калия в воде для учета вклада калия-40 в бета-активность. Можно использовать следующее соотношение: бета-активность калия-40 составляет 27,6 Бк на грамм общего калия [1].

Примечание – Рекомендованное значение общей бета-активности было рассчитано исходя из удельной активности питьевой воды, которая при потреблении населением на уровне 2 л в сутки в течение одного года не приведет к эффективной дозе более 0,1 мЗв в год. Таким образом, эффективная доза находится на крайне низком уровне, и опасность нанесения вреда здоровью людей отсутствует.

Международный стандарт ISO 9697 является одним из серии международных стандартов по методам испытаний общей активности радионуклидов в образцах воды. Другие стандарты включают:

– ISO 9696;
– ISO 10704;
– ISO 11704.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Общая бета-активность в питьевой воде
Метод толстослойного источника

ЯКАСЦЬ ВАДЫ
Агульная бэта-актыўнасць у пітной вадзе
Метад таўстаслойнай крыніцы

Water quality
Gross beta activity in drinking water
Thick source method

Дата введения 2017-06-01

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, выполнял персонал, прошедший соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общей (суммарной) бета-активности в питьевой воде. Данный метод используют для определения нелетучих бета-излучающих радионуклидов с максимальной энергией бета-излучения от 0,3 МэВ и более.

Настоящий стандарт не устанавливает метод определения радионуклидов с низкой энергией бета-излучения (например, ^{3}H, ^{228}Ra, ^{210}Pb, ^{14}C, ^{35}S и ^{241}Pu), а также некоторых газообразных или летучих радионуклидов (например, радон и радиоактивный йод).

Данный метод применяют для анализа природной и питьевой воды. Область применения зависит от количества растворенных в воде солей, а также от соответствующих характеристик измерительного оборудования (фоновая скорость счета и эффективность).

Лаборатория несет ответственность за результат и должна гарантировать пригодность данного метода для работы с анализируемыми пробами воды.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

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

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

ISO 5667-3:2012 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Консервация и обработка проб воды

ISO 5667-14:2014 Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению и контролю качества при отборе проб природных вод и обращении с ними

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

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

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

Издание официальное

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

ISO/IEC Guide 99:2007 Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM)

3 Символы, определения и единицы измерения

В настоящем стандарте применяют символы, определения и единицы измерения по ISO 80000-10, ISO 11929, ISO/IEC Guide 98-3, ISO/IEC Guide 99, а также следующие обозначения:

A – бета-активность калибровочного источника, Бк;
c_A – объемная бета-активность, Бк/л;
c_A^* – порог принятия решения, Бк/л;
$c_A^\#$ – предел обнаружения, Бк/л;
$c_A^\triangleleft$, $c_A^\triangleright$ – нижняя и верхняя границы доверительного интервала, Бк/л;
m – масса осадка, полученного из объема пробы V, мг;
m_r – масса осадка, помещенного на планшет, мг;
r_0 – скорость счета фона, $с^{-1}$;
$r_{0\alpha}$ – скорость счета фона в окне альфа, $с^{-1}$;
r_g – общая скорость счета образца, $с^{-1}$;
$r_{g\alpha}$ – общая скорость счета образца в окне альфа, $с^{-1}$;
r_s – скорость счета калибровочного бета-источника, $с^{-1}$;
$r_{s\alpha}$ – скорость счета калибровочного альфа-источника, $с^{-1}$;
S – площадь планшета, $мм^2$;
t_0 – время измерения фона, с;
t_g – время измерения образца, с;
t_s – время измерения калибровочного бета-источника, с;
$t_{s\alpha}$ – время измерения калибровочного альфа-источника, с;
$u(c_A)$ – стандартная неопределенность результата измерения, Бк/л ;
U – расширенная неопределенность, вычисленная по выражению $U = k \cdot u(c_A)$, где $k = 1, 2...$, Бк/л;
V – объем образца для испытаний, эквивалентный массе осадка на планшете, л;
V_t – объем образца воды, л;
ε – эффективность счета калибровочного бета-источника;
ρ_S – толщина счетного образца (осадка пробы, помещенного на планшет), $мг/мм^2$.
χ – вклад альфа-счета в бета-счет от калибровочного альфа-источника, процент альфа-импульсов, попадающих в окно бета;

4 Сущность метода

Метод определения общей бета-активности является не абсолютным, а относительным, то есть радиоактивность всех бета-излучающих радионуклидов в образце определяют по отношению к конкретному бета-излучателю, который входит в стандартный калибровочный источник. Определение общей бета-активности не является столь точным, как специализированный радионуклидный анализ после радиохимического разделения.

Пробу отбирают, обрабатывают и хранят в соответствии с ISO 5667-1, ISO 5667-3 и ISO 5667-14, после чего упаривают почти досуха и переводят в сульфатную форму, а затем прокаливают при 350 °С. Часть осадка переносят на измерительный планшет и измеряют бета-активность на оборудовании, предварительно откалиброванном с использованием подходящего калибровочного бета-излучающего стандарта, например калий-40 (^{40}K) или стронций-90/иттрий-90 (^{90}Sr + ^{90}Y) в равновесии.

Если одновременно требуется определить общую альфа- и бета-активность в той же самой пробе воды, используют процедуру, приведенную в настоящем стандарте, которая аналогична процедуре, приведенной в ISO 9696 [2]. При этом для одновременного измерения общей альфа-активности толщина счетного образца должна составлять не менее 0,1 мг на $мм^{-2}$ [3] и [4].

Примеры критериев эффективности приведены в приложении А.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Реактивы

Все реактивы должны быть известной аналитической степени чистоты и не должны содержать какую-либо измеримую бета-активность.

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

5.1.1 Вода третьей степени чистоты согласно ISO 3696:1987.

5.1.2 Калибровочный источник, выбор калибровочного бета-источника зависит от типа радиоактивного загрязнения в анализируемой воде. В качестве бета-излучающих радионуклидов, как правило, используют ^{90}Sr и ^{40}K.

Примечание – Бета-активность ^{40}K в природном калии составляет 27,6 Бк/г, отсюда бета-активность в хлориде калия будет 14,4 Бк/г [1].

5.1.3 Азотная кислота, $c(HNO_3)$ = 8 моль/л$^{-1}$.

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

5.1.5 Легколетучие органические растворители, например метанол и ацетон.

5.1.6 Сульфат кальция, $CaSO_4$.

5.1.7 Винилацетат, $((C_4H_6O_2)n)$.

ВНИМАНИЕ! Поскольку соли кальция могут содержать следовые количества ^{226}Ra и/или ^{210}Pb, должна быть выполнена проверка на наличие этих радионуклидов в реактиве.

5.2 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование следующее:

5.2.1 Бета-счетчик, предпочтительно газопроточный пропорциональный счетчик со сцинтилляционным детектором или ион-имплантированным кремниевым детектором.

При использовании газопроточного пропорционального счетчика рекомендуется выбрать окно бета-счета таким образом, чтобы вклад альфа-счета стремился к нулю, и учитывать его в расчетах при использовании в качестве альфа-источника ^{239}Pu. При использовании оборудования другого типа вклад альфа-счета в бета-окно можно игнорировать.

Если используют безоконный газопроточный пропорциональный счетчик, необходимо регулярно проверять счетную систему на возможность загрязнения путем измерения холостой пробы.

Примечание – Корпускулярная природа измеряемого источника может привести к загрязнению при измерении в вакууме (в случае использования ион-имплантированного кремниевого детектора PIPS) или газопроточной системе (в случае использования пропорционального счетчика).

5.2.2 Планшет (счетная кювета) с плотностью поверхности не менее 2,5 мг/мм^2 (250 мг/см^2), изготовленный из нержавеющей стали и имеющий бортик.

Диаметр используемого планшета определяется характеристиками счетчика, т. е. диаметром детектора и размерами держателя планшета.

Примечание – Поскольку счетный образец должен быть равномерно распределен на поверхности планшета, некоторые специалисты предпочитают использовать полированную металлическую поверхность, тогда как другие предпочитают использовать протравленную или шероховатую поверхность (для этой цели используют пескоструйную очистку и химическое травление).

5.2.3 Муфельная печь, поддерживающая температуру (350 ± 10) °C.

6 Порядок работы

6.1 Отбор проб

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

Если требуется определить активность отфильтрованной пробы воды, то фильтрование проводят немедленно после отбора и до подкисления.

Примечание – Подкисление сводит к минимуму потери радиоактивных элементов из раствора за счет адсорбции. Однако следует учесть, что при проведении подкисления перед фильтрованием радиоактивные вещества, уже адсорбированные на макрочастицах, будут десорбированы в раствор.

6.2 Подготовительные мероприятия

Определяют содержание общего количества растворенных в воде твердых веществ, чтобы определить наименьший объем воды, необходимый для проведения анализа. Принимая во внимание изменения в составе смеси при прокаливании при 350 °С и сульфатации осадка, вычисляют объем пробы, для которого отношение массы осадка к площади планшета ρ_S, мг/мм^2, будет удовлетворять условию

$$\rho_S = \frac{m_r}{S} \geq 0{,}1, \quad (1)$$

где m_r – масса осадка образца, помещенного на планшет, мг;

S – площадь планшета, мм^2.

Данное выражение используют как руководство по выбору объема пробы, необходимой для проведения анализа, затем проводят концентрирование образца.

6.3 Стадия концентрирования

Отбирают объем V, л, таким образом, чтобы после прокаливания значение ρ_S составляло как минимум 0,1 мг/мм^2, и переносят в стакан.

При анализе слабоминерализованных вод может оказаться, что объем, необходимый для получения ρ_S > 0,1 мг/мм^2, является непомерно большим. В этом случае необходимо использовать максимально большой объем пробы или добавить соли кальция.

Пробу осторожно упаривают 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 (5.1.1), смывные воды переносят в ту же чашку.

Примечание – Если стакан большой, возможно, более удобным будет перенести смывные воды в меньший стакан. Смывные воды упаривают до меньшего объема для облегчения переноса в кварцевую чашку.

6.4 Стадия сульфатации

При высушивании и прокаливании некоторых водных проб образуются гигроскопичные или труднодиспергируемые осадки, которые неприменимы для измерения радиоактивности. Применение сульфатации позволяет исключить подобные трудности.

В охлажденный раствор пробы в стакане добавляют (1 ± 0,2) мл серной кислоты (5.1.4).

Данным объемом серной кислоты можно сульфатировать около 1,8 г карбоната кальция. Применяя заведомо избыточный объем кислоты, начальный объем пробы следует выбрать таким, чтобы общее содержание солей не превышало 1 г. (Опыт работы с некоторыми водами показал необязательность этого шага.)

Содержимое чашки осторожно упаривают до сухого состояния.

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

6.5 Стадия прокаливания

Помещают чашку с содержимым в муфельную печь (5.2.3), прокаливают в течение 1 ч при температуре (350 ± 10) °С и затем охлаждают в эксикаторе.

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

6.6 Подготовка счетного образца

Если осадок не мелкодисперсный, его измельчают пестиком в ступке. Измельченный осадок переносят на планшет (5.2.2). Масса осадка на планшете – m_r, мг.

Если из объема образца V (6.3) получен осадок, для которого значение ρ_S менее 0,1 мг/мм^2, то на планшет переносят весь осадок по возможности без потерь.

Распределяют осадок равномерно по планшету в виде суспензии в нескольких каплях легколетучего органического растворителя (5.1.5, например, метанол или ацетон) и высушивают до постоянной массы. Для получения равномерно распределенного образца рекомендуется добавлять в растворитель винилацетат для большего связывания материала счетного образца (5.1.7). Регистрируют время и дату приготовления счетного образца и контролируют, чтобы не было потерь осадка.

Хотя на эффективность счета бета-частиц толщина счетного образца до 0,2 мг/мм^2 влияет незначительно (см. [4] и [5]), рекомендуется для калибровки измерительного оборудования использовать

калибровочный образец той же массы, что и анализируемый счетный образец (m_r), или повторить процедуру подготовки образца с добавлением солей кальция в пробу воды для получения той же массы, что и калибровочный образец.

6.7 Измерение

Бета-счетчик (5.2.1) готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации изготовителя.

Сразу после высушивания счетного образца начинают измерение активности образца на планшете в течение необходимого времени. Регистрируют дату, время начала измерения, продолжительность измерения.

Продолжительность измерения зависит от скорости счета образца и фона, а также от предела обнаружения и требуемого порога принятия решения.

Примечание – Повторные измерения в течение одного месяца могут показать накопление дочерних радионуклидов от радиоактивных изотопов природного происхождения. Интерпретация счетных данных тогда может быть усложнена, хотя для нормальных фоновых уровней загрязнения окружающей среды этот феномен является редким, особенно для долговременных измерений.

6.8 Определение уровня фона

Измеряют фоновую радиоактивность, используя чистый планшет. Измеренное значение скорости счета – r_0. Проводят повторные измерения для проверки стабильности уровня фона.

6.9 Приготовление калибровочного образца

Аккуратно взвешивают приблизительно 2,5 г сульфата кальция и переносят его в мерный сосуд вместимостью 150 мл. Осторожно добавляют (10 ± 0,1) мл горячей 8 моль/л$^{-1}$ азотной кислоты (5.1.3), перемешивают и доводят объем до 100 мл прибавлением горячей воды (5.1.1).

Добавляют точно известное значение (от 5 до 10 Бк) соответствующего радиоактивного стандарта (5.1.2).

Переносят раствор в кварцевую или фарфоровую чашку вместимостью 200 мл (предварительно прокаленную при 350 °С), взвешенную с погрешностью ±0,001 г, и упаривают раствор досуха, используя инфракрасную лампу.

Прокаливают сухой осадок в муфельной печи (5.2.3) при температуре (350 ± 10) °С в течение 1 ч.

Рассчитывают удельную активность $CaSO_4$ (5.1.6), используя массу прокаленного осадка и значение активности добавленного радиоактивного стандарта.

Измельчают (и растирают пестиком в ступке при необходимости) осадок до получения мелкодисперсного порошка.

Готовят калибровочные образцы аналогично подготовке проб.

Измеряют данные калибровочных образцов с использованием бета-счетчика.

Если используют газопроточный пропорциональный счетчик, то по процедуре, аналогичной приготовлению калибровочного образца бета-излучения, готовят калибровочный образец альфа-излучения с точно известным значением (от 5 до 10 Бк) соответствующего стандарта (например, ^{239}Pu).

В случае использования хлорида калия в качестве калибровочного образца высушивают порошок KCl до постоянной массы при температуре 105 °С. Бета-активность калибровочного образца KCl приведена в 5.1.2.

ВНИМАНИЕ! Для того чтобы определить вклад альфа-счета в окно бета, необходимо приготовить сухой порошок с внесенными бета- и альфа-излучающими радионуклидами. Необходимо исключить случайное попадание радиоактивности в окружающую среду, используя закрытый защитный шкаф с перчатками для подготовки образцов. Как альтернативный вариант можно использовать лабораторный вытяжной шкаф при условии, что тяга в нем не чрезмерна и не способна вызвать подъем тонких частиц порошка в воздух.

6.10 Чувствительность и смещение

Чувствительность и смещение зависят от количества неорганических веществ в воде, характеристик детектора и присутствующих в воде радионуклидов.

Поскольку результат измерения будет выражен как активность, эквивалентная выбранному калибровочному стандарту, необходимо с тщательностью подходить к выбору стандарта для минимизации смещения.

6.11 Оптимизация определения

Даже при использовании постоянной толщины анализируемый и калибровочный образцы должны быть максимально подобными по составу, плотности, распределению активности и т. д.

7 Исходный контроль

7.1 Проверка на содержание примесей

а) Загрязнение реактивов проверяют упариванием их в объемах, предусмотренных в методике, на отдельных планшетах. Проверку загрязнения всей измерительной системы осуществляют, проведя упаривание (1000 ± 10) мл воды (5.1.1), подкисленной 20 мл азотной кислоты 8 моль/л$^{-1}$ (5.1.3), к которой добавлено (0,1 ρ_S S ± 1) мг хроматографически чистого силикагеля, и измеряя активность полученного осадка. Ее сравнивают с активностью увлажненной массы 0,1 ρ_S S мг силикагеля на планшете. Убеждаются, что активность незначительно отличается от обработанного образца.

Если активность существенно отличается, выбирают реактивы с меньшей активностью или используют холостое определение и корректировку в основной процедуре после выполнения этапов, необходимых для приготовления образца.

7.2 Потенциальные потери радионуклидов

Некоторые радионуклиды при использовании данного метода могут быть потеряны за счет летучести. Из радионуклидов ряда урана в основном во время обработки теряется ^{222}Rn. Если присутствует ^{226}Ra, то ^{222}Rn и его альфа- и бета-излучающие дочерние радионуклиды будут впоследствии накапливаться в счетном образце. Повторные измерения в течение трех недель могут продемонстрировать рост активности за счет присутствия ^{226}Ra. Некоторые радионуклиды с коротким периодом полураспада (например, ^{224}Ra, дочерний радионуклид ^{228}Th) также могут влиять на активность счетного образца, если между измерением и отбором пробы промежуток времени был незначительным.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Расчет объемной активности

При использовании газопроточного пропорционального счетчика объемную общую бета-активность образца c_A, Бк/л, образца воды вычисляют по формуле

$$c_A = \frac{r_g - r_0 - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})}{V_\varepsilon} = [r_g - r_0 - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})]w, \quad (2)$$

где V – объем исследуемого образца, эквивалентный массе осадка на планшете, л, выраженный следующим образом:

$$V = \frac{V_t}{m} m_r,$$

$$w = 1 / (V\varepsilon).$$

Эффективность счета ε рассчитывают по формуле (3), значение величины зависит от используемого источника бета-активности. Следует отметить, что использование различных калибровочных источников при определении эффективности приведет к неодинаковым результатам испытаний.

$$\varepsilon = \frac{r_S - r_0}{A}. \quad (3)$$

При необходимости, может быть рассчитан поправочный коэффициент вклада альфа-счета в бета-окно χ по формуле

$$\chi = \frac{r_{S\alpha\to\beta}}{r_{S\alpha}}, \quad (4)$$

где $r_{S\alpha\to\beta}$ – скорость счета в окне бета при измерении альфа-источника.

Если для измерения используют другое оборудование (вместо газопроточного пропорционального счетчика), то поправку на вклад альфа-бета не вносят и χ = 0.

8.2 Стандартная неопределенность

Согласно ISO/IEC Guide 98-3 (см. также ISO 11929) стандартную неопределенность c_A рассчитывают по формуле

$$u(c_A) = \sqrt{w^2\left[\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) + T(\chi)\right] + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (5)$$

и

$$T(\chi) = (r_{g\alpha} - r_{0\alpha})^2 \cdot u^2(\chi) + \chi^2\left(\frac{r_{g\alpha}}{t_g} + \frac{r_{0\alpha}}{t_0}\right), \quad (6)$$

где неопределенность времени счета незначительна, а относительную стандартную неопределенность величины w рассчитывают по формуле

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(\varepsilon) + u_{rel}^2(V). \quad (7)$$

Относительную стандартную неопределенность величины ε рассчитывают по формуле

$$u_{rel}^2(\varepsilon) = u_{rel}^2(r_S - r_0) + u_{rel}^2(A) = \frac{(r_S / t_S + r_0 / t_0)}{(r_S - r_0)^2} + u_{rel}^2(A), \quad (8)$$

а относительную стандартную неопределенность величины χ рассчитывают по формуле

$$u(\chi) = \sqrt{\frac{\chi(\chi + 1)}{(r_{S\alpha} \cdot t_{S\alpha})}}. \quad (9)$$

Для вычисления характеристических границ согласно ISO 11929 значение $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$, т. е. стандартную неопределенность c_A как функцию истинного значения рассчитывают по формуле

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2\left\{\frac{[(\tilde{c}_A / w) + \chi(r_{g\alpha} - r_0\alpha) + r_0]}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} + T(\chi)\right\} + \tilde{c}_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (10)$$

Если используют оборудование другого типа (вместо газопроточного пропорционального счетчика), то поправка на вклад альфа-счета в бета-окно незначительна и $\chi = 0$.

8.3 Порог принятия решения

Порог принятия решения c_A^* рассчитывают по формуле (11) для (см. также ISO 11929)

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w\sqrt{\frac{[\chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_0]}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} + T(\chi)}, \quad (11)$$

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

Если для измерения используют оборудование другого типа (вместо газопроточного пропорционального счетчика), то поправка на вклад альфа-счета в бета-окно незначительна и $\chi = 0$.

8.4 Предел обнаружения

Предел обнаружения $c_A^{\#}$ вычисляют по формуле (12) (см. также ISO 11929)

$$c_A^{\#} = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(c_A^{\#}) = c_A^* + k_{1-\beta}\sqrt{w^2\left\{\frac{[(c_A^{\#} / w) + \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_0]}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} + T(\chi)\right\} + c_A^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (12)$$

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

Предел обнаружения может быть рассчитан по формуле (12) для $c_A^{\#}$ или более просто – итерацией с начальной аппроксимацией $c_A^* = 2$.

Принимая $\alpha = \beta$, получаем $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta}$, и решение формулы (12) приводит к формуле(13)

$$c_A^{\#} = \frac{2c_A^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}. \quad (13)$$

8.5 Границы доверительного интервала

Нижнюю $c_A^{\triangleleft}$ и верхнюю $c_A^{\triangleright}$, границы доверительного интервала рассчитывают по формулам (14) и (15) (см. также ISO 11929)

$$c_A^{\triangleleft} = c_A - k_p \cdot u_c(c_A)\ p = w\frac{(1-\gamma)}{2}, \quad (14)$$

$$c_A^{\triangleright} = c_A + k_p \cdot u_c(c_A)\ q = (1-w)\frac{\gamma}{2}), \quad (15)$$

где w определяют следующим образом

$$w = \Phi\left[\frac{y}{u(y)}\right],$$

где Φ – функция нормального стандартного распределения;

γ – вероятность для доверительного интервала измеряемой величины.

Если $c_A \geq 4u_c(c_A)$, то w может быть равно единице. В этом случае

$$c_A^{\triangleleft},\ c_A^{\triangleright} = c_A \pm k_{(1-\gamma)/2} \cdot u_c(c_A), \quad (16)$$

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

9 Протокол испытаний

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

a) используемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;

b) идентификацию образца;

c) даты подготовки образца и измерений;

d) единицу измерения, в которой выражен результат;

e) результат испытания, $c_A \pm u(c_A)$ или $c_A \pm U$ с коэффициентом охвата k;

f) радиоактивный стандарт, используемый для калибровки эффективности бета-счета. В случае газопроточного пропорционального счетчика нужно указать альфа-излучающий стандарт, используемый для корректировки вклада альфа-счета в бета-окно.

Может быть приведена дополнительная информация:

g) вероятности α, β и $(1-\gamma)$;

h) порог принятия решения и предел обнаружения;

i) в зависимости от требований заказчика существуют различные способы представления результата измерения:

1) объемную активность c_A сравнивают с порогом принятия решений (см. ISO 11929): результат измерения может быть представлен как $\leq c_A^*$, если результат измерения ниже порога принятия решений;

2) объемную активность c_A сравнивают с пределом обнаружения: результат измерения может быть представлен как $\leq c_A^{\#}$, если результат измерения находится ниже предела обнаружения. Если предел обнаружения превысит нормируемое значение, то должно быть зарегистрировано, что метод не является подходящим для цели измерения;

j) информация о любых рабочих процедурах, не указанных в настоящем стандарте, или необязательных, а также упоминание о любой информации, влияющей на результат измерения.

Приложение А
(справочное)

Примеры критериев эффективности

Метод, описанный в настоящем стандарте, идентичен методу, описанному в NEN 5627:2005. NEN 5627:2005 был утвержден в 2005 году в Нидерландах как часть крупного проекта по валидации стандартов по измерению радиоактивности.

Проект был поручен Институту стандартизации Нидерландов (Netherlands Standardization Institute – NEN) нидерландским департаментом Министерства жилья, пространственного планирования и экологии.

Валидация проведена Центром современных радиационных технологий (Center for Advanced Radiation Technology – KVI), Группой по исследованиям и консультациям в области ядерной энергетики (Nuclear Research and Consultancy Group – NRG) и Национальным институтом здравоохранения и охраны окружающей среды (National Institute for Public Health and the Environment – RIVM). Все данные организации представляют Нидерланды.

Результаты валидации приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Критерии эффективности

Параметр	Образец [a]		
	1	2	3
Количество участвующих лабораторий	8	8	7
Количество определений на лабораторию	3	3	3
Количество отклоненных результатов	0	0	4
Общее среднее значение (a_m), в Бк/г	10,48	37,48	5,26
Истинное значение, в Бк/г	11,97	43,65	4,39
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), в Бк/г	0,21	0,75	0,12
Относительное отклонение повторяемости (vc_r), в %	2,0	2,0	2,4
Предел повторяемости (r), в Бк/г	0,58	2,10	0,35
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), в Бк/г	0,30	1,13	0,82
Относительное отклонение воспроизводимости (vc_R), в %	2,9	3,0	15,7
Предел воспроизводимости (R), в Бк/г	0,85	3,16	2,31
Систематическое отклонение (δ), в Бк/г	−1,49	−6,17	0,87
Предел обнаружения (AG_r), в Бк/г	0,046	0,046	0,046

[a] Образец 1: $CaSO_4$- порошок с KCl и ^{90}Sr с низкой бета-активностью [(12,0 ± 0,3) Бк/г].
Образец 2: $CaSO_4$- порошок с KCl и ^{90}Sr с высокой бета-активностью [(43,7 ± 1,0) Бк/г].
Образец 3: $CaSO_4$- порошок с ^{90}Sr с низкой бета-активностью [(4,4 ± 0,1) Бк/г] и высокой альфа-активностью [^{241}Am; (55,7 ± 1,2) Бк/г].

Библиография

[1] WHO. Guidelines for Drinking-Water Quality. Geneva, 2011. Available (viewed at 2013-10-22) at: gost.e-ecolog.ru
(ВОЗ. Руководство по качеству питьевой воды. Женева, 2011. Доступно (просмотрено 2013-10-22) по адресу: gost.e-ecolog.ru)

[2] ISO 9696:2007 Water quality – Measurement of gross alpha activity in non-saline water – Thick source method
(Качество воды. Измерение суммарной альфа-активности в неминерализованной воде. Метод с применением концентрированного источника)

[3] 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)

[4] SANCHEZ A.M., GARCIA G.S., VARGAS M.J. Study of self-absorption for the determination of gross alpha and beta activities in water and soil samples. Appl. Radiat. Isot. 2009, 67 pp. 817–820
(Исследование самопоглощения для определения общей альфа- и бета-активности в пробах воды и почвы. Применение излучающих изотопов, 2009, 67 с. 817–820)

[5] SANCHEZ A.B.R., SANCHEZ A.M., PEREZ J.T. Gross alpha and beta indices in water samples revisited. Appl. Radiat. Isot. 2013, 81 pp. 136–139
(Показатели общей альфа- и бета-активности в пробах воды. Применение излучающих изотопов, 2013, 81 с. 136–139)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	IDT	ГОСТ ISO 3696-2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля
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

Таблица Д.А.2 – Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам другого года издания

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование международного стандарта другого года издания	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 5667-3:2012 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Консервация и обработка проб воды	ISO 5667-3:2003 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Консервация и обработка проб воды	IDT	СТБ ISO 5667-3-2012 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды (ISO 5667-3:2003)
ISO 5667-14:2014 Качество воды. Отбор проб. Часть 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращение с ними	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 5667-14:1998)

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 17.01.2017. Подписано в печать 31.01.2017. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.-изд. л. 0,86 Тираж 2 экз. Заказ 282

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru