"УТВЕРЖДАЮ"
Директор научно-производственного
предприятия "Лаборатория приклад-
ных проблем"
_____ Л.М.Зубарева
_____ 1993 г.

М Е Т О Д И К А

Экспрессного радиохимического определения стронция-90 в золе растительности и биоматериалов с использованием волокнистого-сорбента VS-I5

"СОГЛАСОВАНО"
Директор центра метрологии
ионизирующих излучений
НПО "ВИНИТИ"
_____ В.П.Ярына
"__" _____ 1993 г.

1 9 9 3

gost.e-ecolog.ru

В разработке настоящей методики принимали участие:

В.Б.Рыбалка
В.В.Сербинович
А.И.Ермаков
А.В.Ковалев
И.К.Пичурин

С О Д Е Р Ж А Н И Е

	Лист
I. Нормы точности определения Sr–90	3
2. Обработка результатов измерений	3
3. Подготовка проб для проведения радиохимического определения Sr–90	4
4. Метод определения стронция-90 в золе растений и биоматериалов	4
5. Приготовление растворов	8
6. Подготовка и проведение измерений	9
7. Определение погрешности результатов измерений	I0
8. Контроль точности измерений	II
9. Требования к технике безопасности	II
I0. Требования к квалификации оператора	I2
Приложение Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности радионуклида Sr^{90} в твердотельном радиометрическом источнике β-излучения и определение эффективности регистрации его β-излучения	I3

Настоящая методика предназначена для экспрессного радиохимического определения стронция-90 в золе растений и биоматериалов в диапазоне концентраций I-I000 Бк/кг воздушно-сухой пробы.

Данный метод основан на селективной сорбции стронция-90 волокнистым сорбентом VS-I5. Количественное определение стронция-90 проводят при помощи β-спектрометра или низкофонового β-радиометра.

Химический выход стронция может определяться с использованием метки - изотопа стронция-85, либо гравиметрическим или пламенно-фотометрическим методами.

I. Нормы точности определения Sr-90

В связи с тем, что нормы точности определения содержания радионуклидов в золе растений и биоматериалов не установлены, в данной методике принимается, что основная относительная погрешность не должна превышать ± 30% при доверительной вероятности P=0,95.

Нижний предел обнаружения стронция-90 в пробе зависит лишь от типа используемого измерительного устройства и для УМФ-I500М составляет I БК/пробу.

Определение чувствительности установки к стронцию-90 производится относительным методом путем измерения образцовых препаратов стронция-90, полученных из ОРР стронция-90.

Один исполнитель одновременно может анализировать I6 проб.

2. Обработка результатов измерений

Активность стронция-90 в I кг анализируемой пробы рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{N}{3{,}7 \cdot 10^{10} \cdot L \cdot m \cdot \varepsilon \cdot \eta} \quad \text{(Ки/кг), где}$$

N - скорость β-счета образца за вычетом фона ($с^{-1}$);

L - химический выход носителя стронция в долях единицы;

m - навеска золы (отожженной пробы), взятая для анализа (кг);

ε - отношение массы пробы до озоления к массе остатка пробы после озоления (массе золы отожженной пробы);

η - коэффициент переход к абсолютной активности, учитывающий эф-

фективность регистрирующей аппаратуры и самопоглощения β-излучения в слое образца.

3. Подготовка проб для проведения радиохимического определения Sr-90

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

Методом квартования отбирают 200 г воздушно-сухой пробы помещают в муфельную печь, постепенно нагревают ее до температуры 550^{o}С и выдерживают при этой температуре в течение 8-10 часов для полного озоления пробы.

4. Метод определения стронция-90

Метод основан на селективной сорбции стронция-90 волокнистым сорбентом VS-I5 и предназначен для определения Sr-90 в золе растений и биоматериалов, загрязненных цезием-137, цезием-134. Присутствие радиоизотопов Ce, Zr, Ru допускается в 10-кратных по сравнению со стронцием-90 количествах по активности.

4.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда:

#низкофоновая установка для радиометрии β-излучения типа РУБ-01п (либо УМФ-1500 М);

сцинтилляционный γ-спектрометр (при определении коэффициента химического выхода по Sr-85);

пламенный фотометр любой марки или атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенной ионизацией;

мельница для размола почвенных проб (типа "Рига");

печь муфельная с терморегулятором до 1000^{o}С (типа СНОЛ);

сита почвенные (комплект);

центрифуга ЦЛК-3 с ротором под пробирки емкостью 100 см^{3} с качающимися стаканами;

весы лабораторные технические (ВЛКТ-500), ГОСТ 24104;

весы лабораторные аналитические, ГОСТ 24104-88;

плитка электрическая, ТУ 92-208;

штатив для подложек;

В случае отсутствия низкофоновой установки можно использовать приборы типа РКБ4-1еМ.

штатив для центрифужных пробирок;
штатив лабораторный ШЛ с набором лапок и зажимов, ТУ 64-1-107;
лампа зеркальная ЗМ-8, 220х500 для сушки препаратов;
центрифужные пробирки на 100 $см^3$;
цилиндры мерные емкостью 50,100,250 и 500 $см^3$,ГОСТ 1770-64;
пипетки вместимостью 2,5 и 10 $см^3$, ГОСТ 20292;
колонки центрифужные (патрон для сорбции Sr) d=20 мм, h=80 мм ;
колбы мерные вместимостью 1000 и 2000 $см^3$, ГОСТ 1770;
стаканы термостойкие вместимостью 400 и 150 $см^3$,ГОСТ 10394-72;
колбы конические вместимостью 100 $см^3$, ГОСТ 10394-72;
фильтры бумажные беззольные "белая лента" диаметром 9 см,
ТУ 6-09-1978-77;
бумага фильтровальная лабораторная, ГОСТ 12026-76;
стеклянные палочки длиной 28 см.

4.2. Реактивы:

стронций азотнокислый,ГОСТ 5429-74,ч.д.а.,водный раствор 50 $мг/см^3$ по стронцию, содержание Sr^{2+}контролируется гравиметрически;
кислота азотная,уд.вес 1,38,конц., 6,5 моль/л раствор,
ГОСТ 4461-77, ч.д.а.;
аммония гидроксид, 30%-ный водный раствор по ГОСТ 3760-79,
15%-ный водный раствор (1:1);
кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118-77, плотность 1,19 $г/см^3$, х.ч.;
сульфат аммония по ГОСТ 4165-78,х.ч.;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
спирт этиловый, ГОСТ 18300-72, ректификованный;
индикаторная смесь (pH перехода 5,1);
волокнистый сорбент VS-15;
трилон Б, ГОСТ 4147-74,ч.д.а., 0,2 N водный раствор;
натрия гидроксид, ГОСТ 4388-77, 2 М водный раствор, ч.д.а..
натрий углекислый безводный, ГОСТ 83-79, ч.д.а.

4.3. Ход анализа

Навеску 50 г отожженной пробы помещают в термостойкий стакан вместимостью 400 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ раствора носителя стронция 50 $мг/см^3$ и 100 $см^3$ смеси для выщелачивания, тщательно перемешивают и нагревают на плитке в течение 1 часа.

После охлаждения водную фазу отделяют центрифугированием и отбрасывают. Осадок промывают 10 $см^3$ дист.воды и растворяют в небольшом количестве конц.HNO_3. К полученоу раствору добавляют 70-75 $см^3$ 6,5 М HNO_3 и раствор фильтруют через фильтр "белая лента" для удаления нерастворившихся частичек золы.

Полученную водную фазу 2 раза пропускают через патрон для сорбции стронция, содержащий 4 г волокнистого сорбента VS-I5, предварительно подготовленного для проведения анализа. Подготовка сорбента сводится к последовательному промыванию его 2 раза по 25 $см^3$ дистиллированной воды, а затем 2 раза по 25 $см^3$ 6,5 М HNO_3.

После пропускания пробы патрон с волокнистым сорбентом центрифугируют в течение 2 минут при I500 об/мин, затем водную фазу отбрасывают.

После этого сорбент обрабатывают 10 $см^3$ водного раствора NH_4OH (1:1), прибавляют 20 $см^3$ горячего 0,2 N раствора трилона Б и выдерживают I5 минут.

Затем сорбент последовательно промывают еще 20 $см^3$ горячего 0,2 N раствора трилона Б и 20 $см^3$ горячей воды. Сорбент центрифугируют в течение 2 минут при I500 об/мин и объединяют все полученные водные фазы.

К объединенной водной фазе прибавляют 5-7 капель индикаторной смеси с pH перехода 5,I и добавляют конц.HCl по каплям при перемешивании до перехода окраски.

Раствор нагревают на плитке до кипения и прибавляют I0 г сульфата аммония. Перемешивают и оставляют на плитке на I час до полного выпадения $SrSO_4$.

После охлаждения осадок сульфата стронция отделяют центрифугированием и промывают последовательно дистиллированной водой, а затем этиловым спиртом (время отделения осадка записывают).

Осадок переносят с помощью этанола на предварительно взвешенную подложку, высушивают под лампой, взвешивают подложку с осадком и измеряют β-активность приготовленного препарата.

Осадок с подложкой взвешивают для нахождения коэффициента перехода к абсолютной активности (K), учитывающего эффективность регистрации аппаратуры и самопоглощение β-излучения в слое образца (и определение химического выхода стронция, L , если это опре-

деление проводят гравиметрическим способом), измеряют радиоактивность стронция-90 на β-радиометре или β-спектрометре, не позднее 2-х часов с момента осаждения сульфата стронция и радиоактивность стронция-85 на γ-спектрометре (при определении химического выхода по стронцию-85).

Проверка радиохимической чистоты выделенного препарата может осуществляться по результатам повторных измерений через 1,3,5,10 суток после выделения по накоплению иттрия-90 (дочернего продукта распада стронция-90 (дочернего продукта распада стронция-90).

Величину химического выхода определяют любым из описанных ниже способов:

а) Химический выход стронция с использованием метки стронция-85 определяют следующим образом: упаривают на стандартной подложке аликвоту раствора носителя стронция, содержащего стронций-85, измеряют ее активность на γ-спектрометре. По результатам измерения анализируемой пробы находят величину L:

$$L = \frac{A_I}{A_O}, \quad \text{где}$$

A_I – активность стронция-85 в выделенном препарате;

A_O – активность стронция-85, вносимого в пробу.

б) Определение химического выхода стронция атомно-абсорбционным или пламенно-фотометрическим методом.

Элюат, полученный после смывания стронция с волокна горячим раствором трилона Б, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвоту 1 $см^3$ на определение стронция, переносят в другую мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют водой до метки и перемешивают. В разбавленном растворе определяют содержание стронция атомно-абсорбционным методом на приборе AAS-1. Стронций определяют по атомно-резонансной полосе поглощения с длиной волны 460 нм и рассчитывают его химический выход.

Химический выход стронция можно определять на пламенном фотометре с помощью литиевого светофильтра, пропускающего свет с длиной волны 670,8 нм (ПАЖ-1 или ПАЖ-2).

Приборы для определения концентрации стронция предварительно градуируют по серии эталонных растворов, а затем проводят фото-

метрирование исследуемых растворов.

в) При известном содержании стронция в пробе в случае, когда в анализируемой навеске содержание природного стронция не превышает 4-5 мг, химический выход стронция может быть рассчитан по результатам гравиметрического определения выхода носителя стронция:

$$L = \frac{m}{m_I} \cdot 0{,}478$$, где

m - масса препарата сульфата стронция, мг;
m_I - масса носителя стронция, введенного в пробу;
0,478 - фактор пересчета сульфата стронция на металл.

5. Приготовление растворов

Азотная кислота, водный раствор, 6,5 моль/л. В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, помещают 465 $см^3$ конц.HNO_3 и разбавляют дистиллированной водой до метки.

Гидроксид аммония, водный раствор, ~15%-ный (1:1). В коническую колбу вместимостью 1000 $см^3$, помещают 500 $см^3$ концентрированного раствора аммиака (30%-ного), 500 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают.

Трилон Б, ГОСТ 4147-74, ч.д.а., водный раствор ~0,2N, готовят растворением 20г вещества вещества в 800 $см^3$ дистиллированной воды, доводят раствором аммиака до pH 10-11 и разбавляют водой до 1 л.

Стронций азотнокислый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по стронцию, меченный изотопом стронция-85. 12,05 г соли растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют ОРР стронция-85 суммарной активности 2000-5000 Бк, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 $см^3$ и тщательно перемешивают.

Индикаторная смесь с pH перехода 5,1. 75 мг бромкрезолового зеленого и 50 мг метилового красного помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в ~20 $см^3$ этанола при перемешивании и доводят этанолом до метки.

Смесь для выщелачивания. 120 г углекислого натрия и 64 г гидроксида натрия растворяют в 600 $см^3$ дистиллированной воды и после охлаждения раствора доводят объем водой до 1000 $см^3$.

6. Подготовка и проведение измерений

6.I. Подготовка установки к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора и методическими указаниями по радиометрическим измерениям радиоактивных препаратов.

6.2. После подготовки установки к работе проводят по два измерения скорости счета собственного фона установки и скорости счета от контрольного источника. Оценку годности полученных результатов измерений (N_i) проводят при сравнении их с допустимым интервалом, в котором могут быть заключены ожидаемые значения:

$$\bar{N} - 2{,}26\delta_N < N_i < \bar{N} + 2{,}26\delta_N \qquad (I.I),$$

где $\bar{N}$ - установленное ранее значение средней скорости счета собственого фона установки или контрольного источника при десяти измерениях;

2,26 - коэффициент Стьюдента для IO измерений (ГОСТ 8.207-74);

δ_N - среднее квадратичное отклонение результата измерения фона или контрольного источника, равное $\sqrt{\frac{\sum_{i}^{n} (N_i - \bar{N})^2}{n - I}}$

Если значения N_i выходят за пределы, определяемые формулой (I.I), то проводят дополнительные IO измерений, выясняют причины отклонения от установленных средних значений и устраняют их. Если значение N_i находится в допустимом интервале, то используют найденные значения среднего фона и контрольного источника.

6.3. После проверки фона и скорости счета от контрольного источника исследуемый образец помещают в измерительную камеру установки и оценивают за I-2 мин. скорость счета (N) один раз.

6.4. Время измерения исследуемого образца пробы для вероятности P=0,95 определяют по формуле:

$$t = \frac{u^2 . IO^4 (N + 2N_\Phi)}{N^2 . \delta^2} \qquad (I.2),$$

где u-коэффициент, равный I,98 для P=0,95;

N-предварительно измеренное значение скорости счета от пробы, имп/с;

δ-относительная статистическая погрешность измерения пробы, менее 30%.

6.5. Скорости счета от исследуемой пробы измеряют не менее двух раз. Рассчитывают среднюю скорость счета по формуле:

$$N = \frac{\Sigma (N_{n+\Phi} - \bar{N}_{\Phi})}{n} \qquad (I.3)\text{, где}$$

$N_{n+\Phi}$ - скорость счета образца с фоном, имп/с;

$\bar{N}_{\Phi}$ - средняя скорость счета собственного фона установки, имп/с;
n - число измерений.

7. Определение погрешности результатов измерений

7.I. Для определения погрешности результатов измерений активности находят относительную статистическую погрешность измерения пробы для доверительной вероятности P=0,95 по формуле:

$$\delta = \frac{2 \cdot I00}{\bar{N}_n} \sqrt{\frac{\bar{N}_n + \bar{N}_{\Phi}}{t_n} + \frac{\bar{N}_{\Phi}}{t_{\Phi}}} \qquad (I.5),$$

где N_n, N_{Φ} - средняя скорость счета от пробы за вычетом фона и фона установки, соответственно, имп/с;

t_n, t_{Φ} - продолжительность времени счета пробы и фона.

Затем из паспорта установки или свидетельства о метрологической аттестации берут значение нестабильности работы установки ($\delta_{n(P,t)}$) и из паспорта образцового препарата или свидетельства на образец для аттестации, приготовленный из образцового радиоактивного раствора, значение систематической погрешности θ_o%.

7.2. Значение относительной основной погрешности находят по формуле:

$$\delta_o(P) = \theta_o + \sqrt{\delta^2_{н(P,t)} + \delta^2_{сп(P)}} \qquad (I.6).$$

Значение абсолютной погрешности определения активности находят по формуле:

$$\Delta_o = \frac{\delta_o(P)}{I00} \cdot A_{^{90}Sr} \qquad (I.7)$$

7.3. Результат измерений записывают в виде:

$$A_{^{90}Sr} \pm \Delta_{c(P)} = A_{^{90}Sr} \pm \frac{\delta_{o(P)}}{100} \cdot A_{^{90}Sr} \quad (I.8)$$

8. Контроль точности измерений

8.I. Точность измерений обеспечивается: своевременной поверкой стандартизованных средств измерений;

аттестацией нестандартизованных средств измерений;

использованием стандартных образцов (с паспортом) или смесей для аттестации, приготовленных в соответствии с требованиями ГОСТ 8.505/84 "Метрологическая аттестация методик выполнения измерений содержаний компонентов проб веществ и материалов" и МИ 858-85 "Метрологическое обеспечение контроля состояния окружающей среды. Аттестованные смеси веществ.Основные положения";

контролем работы измерительной установки;

выполнением всех методических рекомендаций при проведении химического анализа;

применением химических реактивов и посуды, соответствующих указанным в МВИ, ГОСТах и ТУ.

8.2. Контроль за работой радиометрической установки осуществляют ежедневным измерением скорости счета собственного фона и контрольного источника.

Измерения, обработку и анализ результатов проводят в соответствии с вышеуказанными пунктами данной методики.

8.3. Контроль остальных параметров проводится в соответствии с указаниями в свидетельстве об аттестации.

9. Требования к технике безопасности

Безопасность труда при проведении анализов обеспечивается в соответствии с требованиями "Основных санитарных правил работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений" (ОСП-72-87), "Норм радиационной безопасности" (НРБ-76/87), а также "Правил по технике безопасности при производстве наблюдений и работ в сети Госкомгидромета".Л.:Гидрометеоиздат,с.I6I-I89, и общими руководствами (Л.Н.Захаров. Техника безопасности в химических лабораториях.Л.:Химия,I985.I84 с.).

Все работы с кислотами и органическими реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

Все приборы в лаборатории должны быть надежно заземлены. Лица, допущенные к работе, должны ежегодно сдавать экзамены по проверке знаний по технике безопасности и иметь допуск к работе в соответствии с "Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителями до 500 в", эксплуатация β-радиометра (β-спектрометра), γ-спектрометра, атомно-абсорбционного спектрофотометра (пламенного фотометра) осуществляется на основе требований безопасности соответствующих разделов "Технического описания" или "Инструкции по эксплуатации".

Требования к радиационной безопасности при работе с источниками ионизирующих радиоактивных излучений соответствуют Ш классу работ (ОСП-72/80).

IO. Требования к квалификации оператора

Анализы проб золы растений и биоматериалов на содержание Sr-90 должны выполняться квалифицированными химиками-аналитиками, владеющими техникой проведения химических работ, знакомыми с правилами эксплуатации приборов, применяемых в данной методике, и прошедшими соответствующий инструктаж по технике безопасности.

Приложение

Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности радионуклида Sr^{90} в твердотельном радиометрическом источнике β-излучения и определение эффективности регистрации его β-излучения

I. Назначение

Настоящая методика устанавливает порядок приготовления из образцового радиоактивного раствора образца активности радионуклида стронция-90 в твердотельном радиометрическом источнике β-излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений (чувствительность, основная погрешность), а также для построения зависимости эффективности регистрации β-излучения от массы препарата низкофоновых β-радиометров типа РУБ-01п для измерений β-излучения стронция-90 в препаратах сульфата стронция золы растений и биоматериалов.

2. Посуда, реактивы:

образцовый радиоактивный раствор (ОРР);

посуда лабораторная, ГОСТ 25336-82;

стронций азотнокислый, ГОСТ 5429-74, водный раствор 50 мг/см^3 по стронцию, ч.д.а.;

железо азотнокислое, ГОСТ 4III-74, водный 5%-ный раствор, х.ч.;

кислота азотная,уд.вес I,38, ГОСТ 446I-77, ч.д.а.;

спирт этиловый, ректификат, ГОСТ I8300-87;

кислота хлористоводородная,уд.вес I,I9, ГОСТ 3II8-77, х.ч.;

аммония гидроксид,ГОСТ 3760-79,водный раствор I5% (I:I);

сульфат аммония, ГОСТ 4I65-78, х.ч.;

вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;

индикаторная смесь с pH перехода 5,I;

трилон Б, ГОСТ 4I47-74, ~0,2 N водно-аммиачный раствор с pH I0-II, ч.д.а.

3. Приготовление образцового β-излучателя

3.I. Исходя из удельной массовой активности, указанной в паспорте на ОРР, рассчитывают массу (объем) ОРР, которую необходимо взять для получения заданной активности образцового β-излучателя.

3.2. В термостойкий стеклянный стакан вместимостью I50 $см^3$ наливают 50 $см^3$ дистиллированной воды и I $см^3$ конц.азотной кислоты. Вносят I0 $см^3$ носителя стронция, необходимое количество ОРР и I $см^3$ 5%-ного раствора азотнокислого железа.

3.3. Раствор нагревают на водяной бане и прибавлением по каплям аммиака при перемешивании осаждают гидроксид железа. Скоагулированный осадок отделяют центрифугированием, промывают 2 раза минимальным количеством горячей воды с несколькими каплями аммиака и отбрасывают осадок.

Промывные воды объединяют с исходным центрифугатом.

3.4. Раствор подкисляют азотной кислотой до pH I-2, добавляют 0,5 $см^3$ 5%-ного раствора азотнокислого железа и вновь осаждают гидроксид железа (повторяют операции по п.3.3.). Время осаждения гидроксида железа записывают.

3.5. К центрифугату прибавляют 20 $см^3$ ~0,2 N аммиачного раствора трилона Б, 5-7 капель индикаторной смеси с pH перехода 5,I и конц. HCI по каплям при перемешивании до перехода окраски.

Полученный раствор нагревают на плитке до кипения и прибавляют I0 г сульфата аммония. Раствор перемешивают и оставляют на плитке на I час до полного выпадения осадка.

3.6. Смесь охлаждают и отделяют осадок сульфата стронция центрифугированием.

Осадок сульфата стронция промывают 2 раза по 50 $см^3$ дистиллированной воды, 2 раза по 50 $см^3$ этилового спирта и высушивают под лампой. Навеску сульфата стронция переносят на стандартную подложку, равномерно распределяют, взвешивают и измеряют скорость счета. 3-х часов с момента последнего осаждения гидроксида железа.

3.7. Из высушенного осадка сульфата стронция готовится серия препаратов различной массы (40-200 мг) (40, 80, I20, I60, 200 мг) при диаметре углубления подложки 22 мм и 30-I70 мг при диаметре углубления I8 мм (из расчета, чтобы толщина препарата находилась в диапазоне II-55 мг/$см^3$). Для калибровочных препаратов используются подложки той же геометрии, что и для измерения проб. С помощью этилового спирта сульфат стронция равномерно распределяется по подложке и высушивается под источником тепла с верхним нагревом.

4. Расчет активности образцового β-излучателя ($A^{(i)}_{преп.}$) осу-

ществляется по формуле:

$$A^{(i)}_{преп.} = \frac{A_{исх.}}{\frac{m_{Sr}}{0,478}} \cdot m^{(i)}_{преп.}, \text{ где}$$

$A_{исх.}$ – активность аликвоты образцового радиоактивного раствора (ОРР), внесенная в образцовый β-излучатель, Бк;

$m^{(i)}_{преп.}$ – масса препарата (i) сульфата стронция, мг;

m_{Sr} – масса внесенного носителя Sr^{2+},мг(500 мг по п.3.2);

0,478 – фактор пересчета сульфата стронция на стронций.

5. Определение эффективности регистрации β-излучения для препаратов различной массы и расчет активности стронция-90 в анализируемой пробе.

5.I. Определяют эффективность регистрации β-излучения (η_β) для каждого препарата серии путем определения скорости счета при измерении калибровочных препаратов (для каждого препарата рассчитывается значение η_β) по формуле:

$$\eta_\beta = \frac{N_к - N_ф}{A_{преп.}}, \text{ где}$$

$N_к$ – скорость счета при измерении калибровочного препарата,имп/с;

$N_ф$ – скорость счета фона,имп/с;

$A_{преп.}$ – активность калибровочного препарата стронция-90, Бк.

5.2. Путем последовательного определения эффективности регистрации для препаратов различной массы строят графическую зависимость эффективности регистрации (η_β) от массы препарата (m, мг). Эта зависимость имеет вид, представленный на рис.I.

5.3. Активность анализируемого препарата (A_i) рассчитывается по формуле:

$$A_i = \frac{N_i - N_ф}{\eta_{\beta(m)}}, \text{ где}$$

N_i – скорость счета β-излучения измеренного препарата, имп/с;

$N_ф$ – скорость счета фона, имп/с;

$\eta_{\beta(m)}$ – эффективность регистрации для i-го препарата массы m_i, которая находится по значению m_i (массы препарата) из графической зависимости $\eta_\beta = f(m)$.

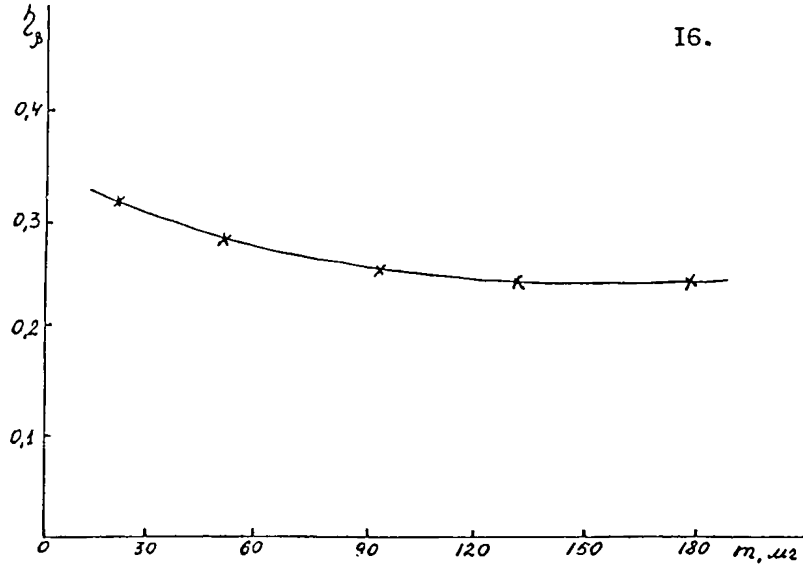


Рис.I.Зависимость эффективности регистрации β-излучения от массы препарата сульфата стронция.

6. Определение чувствительности радиометра

Чувствительность радиометра к излучению нуклида образцового источника рассчитывают по формуле:

$$\eta = \frac{\bar{N}_{ou}}{A_{ou}}, \quad \text{где}$$

η - чувствительнось радиометра к излучению нуклида,имп/с, Бк (имп кг(л)/ с Бк);

A_{ou} - активность нуклида в образцовом β-излучателе, Бк;

N_{ou} - значение средней скорости счета от образцового источника, имп/с.

7. Расчет относительной погрешности определения чувствительности радиометра осуществляется по формуле:

$$\delta_\eta = \theta_{сп} + \sqrt{\delta^2_{н(P,t)} + \delta^2_{оп(P)}}, \quad \text{где}$$

$\theta_{сп}$ - систематическая относительная погрешность приготовления образцового β-излучателя;

$\delta_{н(P,t)}$ - значение относительной погрешности, характеризующей нестабильность работы установки;

$\delta_{оп(Р)}$ – относительная статистическая погрешность измерения скорости счета образцового β-излучателя.

Относительную погрешность приготовления образцового β-излучателя $\theta_{оп}$ рассчитывают по формуле:

$$\theta_{оп} = I,I \sqrt{\theta_л^2 + \theta_{отк}^2 + \theta_р^2}, \text{ где}$$

$\theta_л$ – относительная погрешность удельной активности ОРР (по свидетельству на ОРР),(~3%);

$\theta_{отк}$ – относительная погрешность отмеривания аликвоты ОРР, ГОСТ I770-74 (~I,5%);

$\theta_р$ – относительная погрешность разведения ОРР, ГОСТ I770-74 (~3%).

При расчете основной относительной погрешности определения активности проб относительная погрешность определения чувствительности (δ_η) рассматривается как систематическая погрешность ($\theta_о$).

gost.e-ecolog.ru