Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

2.6.1. ГИГИЕНА. РАДИАЦИОННАЯ ГИГИЕНА.
ИОНИЗИРУЮЩЕЕ ИЗЛУЧЕНИЕ,
РАДИАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

Радиохимическое определение удельной активности цезия-137 и стронция-90 в пробах пищевой продукции, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0094—14

Издание официальное

Москва • 2014

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

2.6.1. ГИГИЕНА. РАДИАЦИОННАЯ ГИГИЕНА. ИОНИЗИРУЮЩЕЕ ИЗЛУЧЕНИЕ, РАДИАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

Радиохимическое определение удельной активности цезия-137 и стронция-90 в пробах пищевой продукции, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0094—14

ББК 51.26
Р15

Р15 **Радиохимическое определение удельной активности цезия-137 и стронция-90 в пробах пищевой продукции, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах: Методические рекомендации.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—43 с.**

ISBN 978—5—7508—1357—5

1. Разработаны ГБОУ ДПО «Российская медицинская академия последипломного образования» Минздрава России (М. С. Орлов); ФБУН «Санкт-Петербургский научно-исследовательский институт радиационной гигиены имени профессора П. В. Рамзаева» Роспотребнадзора (М. В. Кадука, В. Н. Шутов, Н. С. Швыдко, Л. Н. Басалаева, Н. В. Салазкина, Ю. Н. Гончарова, О. С. Кравцова); ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в Рязанской области» Роспотребнадзора (В. В. Кучумов).

2. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 16 сентября 2014 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.26

© Роспотребнадзор, 2014
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

Содержание

1. Область применения 4
2. Общие положения 5
3. Диапазон измерений и характеристики погрешности измерений 6
4. Принципы определения удельной активности техногенных радионуклидов в пробах пищевых продуктов, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах 7
5. Средства измерений и вспомогательное оборудование 8
6. Реактивы и материалы 10
7. Требования безопасности 11
8. Требования к квалификации 11
9. Предварительная подготовка проб к радиохимическому анализу 11
10. Радиохимическое выделение радионуклидов и приготовление счетных образцов для определения их удельной активности 14
11. Рекомендации по измерению активности счетных образцов и определению удельной активности радионуклидов в пробах 19
12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 23

Приложение 1. Информация для внесения в акт отбора проб 25

Приложение 2. Приготовление рабочих растворов и растворов носителей 26

Приложение 3. Приготовление калибровочных образцов и градуировка альфа-бета радиометра 32

Приложение 4. Схема радиохимического определения удельной активности радионуклидов ^{137}Cs и ^{90}Sr в пробах пищевых и сельскохозяйственных продуктов, объектов окружающей среды и биопробах 36

Приложение 5. Информация, которая должна быть отражена в протоколе испытаний 37

Приложение 6. Нормативные ссылки 40

Приложение 7. Термины и определения 41

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
16 сентября 2014 г.

2.6.1. ГИГИЕНА. РАДИАЦИОННАЯ ГИГИЕНА.
ИОНИЗИРУЮЩЕЕ ИЗЛУЧЕНИЕ,
РАДИАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

Радиохимическое определение удельной активности цезия-137 и стронция-90 в пробах пищевой продукции, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0094—14

1. Область применения

1.1. Настоящие МР регулируют порядок приготовления счетных образцов и определения удельной активности радионуклидов ^{137}Cs и ^{90}Sr в пробах пищевых и сельскохозяйственных продуктов, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах с применением радиохимической подготовки проб и носят рекомендательный характер.

1.2. Предназначены МР для органов Роспотребнадзора в субъектах Российской Федерации, осуществляющих санитарно-эпидемиологическую оценку пищевых и сельскохозяйственных продуктов, почвы, других объектов окружающей среды и биопроб по показателям радиационной безопасности, учреждений Роспотребнадзора, а также аккредитованных в установленном порядке на право проведения соответствующих измерений лабораторий радиационного контроля.

2. Общие положения

Наиболее радиологически значимый радиоактивный изотоп цезия – ^{137}Cs. Период полураспада ^{137}Cs составляет 30,1 года, максимальная энергия бета-спектра 0,514 МэВ, энергия гамма-излучения - 0,661 МэВ, по химическим свойствам близок к калию и рубидию. Основной путь поступления ^{137}Cs в организм человека по пищевым цепям с рационом питания, критический орган накопления – мышечная ткань.

Наиболее радиологически значимый радиоактивный изотоп стронция – ^{90}Sr, чистый бета-излучатель с максимальной энергией бета-спектра 0,195 МэВ. Период полураспада ^{90}Sr составляет 28,6 года, по химическим свойствам близок к кальцию и барию. При распаде ^{90}Sr образуется ^{90}Y, максимальная энергия бета-спектра которого составляет 0,933 МэВ, период полураспада – 64,1 ч. Основной путь поступления ^{90}Sr в организм человека по пищевым цепям, критический орган накопления – костная ткань.

Для обеспечения радиационной безопасности населения, решения ряда других проблем, контроля содержания техногенных радионуклидов в пищевых продуктах и объектах окружающей среды необходимо наличие информации об удельной активности ^{137}Cs и ^{90}Sr в этих объектах. И хотя в среднем по стране (как и в мире) дозы облучения населения за счет содержания ^{137}Cs и ^{90}Sr в пищевых продуктах и объектах окружающей среды не превышают 0,1 мЗв/год, вариабельность этой величины может достигать 2—3 порядков, в частности, для территорий, загрязненных в результате аварии на Чернобыльской АЭС [1].

Данные радиационного мониторинга за прошедшие годы показали, что при существующих уровнях радиоактивного загрязнения пищевых продуктов, потребляемых жителями даже аварийно загрязненных территорий, получение достоверных результатов для оценки доз облучения населения в большинстве случаев возможно только с использованием радиохимических методов анализа.

Следует подчеркнуть, что большинство известных радиохимических методик определения радионуклидов ^{137}Cs и ^{90}Sr предусматривают их анализ из отдельных проб. Вместе с тем информация, получаемая из одной пробы при последовательном выделении из нее этих радионуклидов, более достоверна. Последовательное разделение и идентификация ^{137}Cs и ^{90}Sr(^{90}Y) из одной пробы позволяет сделать процесс более экономичным – сокращает время анализа, расход реактивов, энерго- и трудозатраты.

Радиационный контроль пищевых и сельскохозяйственных продуктов, почвы, других объектов окружающей среды и биопроб проводится в несколько этапов:

• отбор проб;
• подготовка проб (озоление, растворение);
• подготовка счетного образца (радиохимическое выделение ^{137}Cs и ^{90}Sr);
• измерение активности радионуклидов в счетном образце на радиометре или спектрометре;
• расчет результатов измерений и неопределенности измерений;
• оценка соответствия продукта требованиям радиационной безопасности.

Для получения достоверной оценки радиологических показателей на каждом этапе контроля необходимо выполнять определенные требования.

Отбор проб для определения удельной активности ^{137}Cs и ^{90}Sr следует проводить по инструкции, приведенной в разделе (9) методических рекомендаций. В акте отбора проб (прилож. 1) должна содержаться вся информация, необходимая для идентификации источника и места отбора пробы.

Перед отбором пробы для испытания на содержание техногенных радионуклидов необходимо провести измерение мощности дозы гамма-излучения на территории, где будет отобрана проба, а также мощности дозы гамма-излучения от самой пробы. Если в результате предварительного дозиметрического контроля установлено превышение фонового уровня мощности дозы гамма-излучения, то этот факт должен быть отмечен в акте отбора пробы.

Для целей радиационно-гигиенического мониторинга рекомендуется использовать результаты измерений, неопределенность которых не превышает 50 %.

3. Диапазон измерений и характеристики погрешности измерений

Диапазон и относительная погрешность измерений радиологических показателей проб пищевых и сельскохозяйственных продуктов, почвы, других объектов окружающей среды и биопроб в настоящих МР приведены в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, Бк/пробу	Относительная погрешность, % (P = 0,95)
1	2
Свыше 0,05 ÷ 0,1 включительно	50
Свыше 0,1 ÷ 0,5 включительно	40

Продолжение табл. 1

1	2
Свыше 0,5 ÷ 1,0 включительно	30
Свыше 1,0	20

Примечания.

1. Приведенные в табл. 1 погрешности измерения величины радиологических показателей определены на нижней границе диапазона измерений для однократного измерения активности счетного образца, приготовленного из 1 кг пробы, и измерения собственного фона радиометра в течение не менее 1 ч для каждого.
2. При времени измерения активности счетного образца и собственного фона радиометра, отличном от 1 ч, погрешности измерения могут быть рассчитаны по формуле (13), приведенной в п. 11.4.
3. При использовании для приготовления счетного образца пробы массой, отличающейся от 1 кг, границы диапазона измерений радиологических показателей проб в табл. 1, соответствующего данной относительной погрешности результатов измерений, необходимо поделить на величину, численно равную массе пробы (кг)

4. Принципы определения удельной активности техногенных радионуклидов в пробах пищевых продуктов, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах

Из отобранной пробы исследуемого объекта изготавливают два счетных образца с применением методики радиохимического выделения радионуклидов ^{90}Sr и ^{137}Cs. Радиохимическое определение удельной активности ^{137}Cs и ^{90}Sr в озоленной пробе основано на переводе данных радионуклидов в растворимое состояние путем кислотной (HCl) обработки (выщелачивания) пробы. Из солянокислого раствора пробы ^{137}Cs выделяют сурьмяно-иодидным методом, активность ^{90}Sr определяют по активности его дочернего радионуклида ^{90}Y, который осаждают оксалатным методом.

Для контроля неизбежных в процессе анализа потерь радионуклидов в исследуемую пробу на самом первом этапе ее обработки для каждого из определяемых изотопов добавляют известное количество носителя, в качестве которого используются солянокислые или азотнокислые соли соответствующих элементов. После проведения анализа определяют количество оставшегося носителя. Отношение количества носителя, определенного на выходе, к количеству носителя, добавленного в пробу, дает величину химического выхода для каждого радионуклида:

$$\rho = \frac{m_1}{m_2}, \text{ где} \qquad (1)$$

ρ — химический выход изотопа, отн. ед.;
m_1 — количество носителя, определенного на выходе, мг;
m_2 — количество носителя, добавленного в пробу, мг.

Активность приготовленных счетных образцов измеряют на радиометре, для которого предварительно определяют его чувствительность к излучению ^{137}Cs и ^{90}Y в геометрии измерений (размер подложки и масса счетного образца) с применением специально приготовленных источников на основе соответствующих эталонных растворов радионуклидов. В случае предположительного присутствия в пробе ^{134}Cs, активности ^{137}Cs и ^{134}Cs в приготовленном счетном образце следует определять с использованием гамма-спектрометра в соответствии с инструкцией по эксплуатации на прибор или представлять полученный результат как суммарную активность двух изотопов цезия после измерения на альфа-бета-радиометре.

Удельную активность радионуклидов вычисляют на основании результатов измерений активности радионуклидов в счетном образце с учетом массы пробы, из которой счетный образец был приготовлен.

5. Средства измерений и вспомогательное оборудование

5.1. Для выполнения измерений по настоящим МР применяются следующие средства измерений.

5.1.1. Альфа-бета-радиометр с характеристиками не хуже следующих:

- скорость счета фона — не более 0,05 имп./мин по альфа-каналу и не более 2,5 имп./мин по бета-каналу;
- основная относительная погрешность измерения активности счетных образцов — не более 15 % при $P = 0,95$.

5.1.2. Эталонные растворы радионуклидов:

- эталонные растворы радионуклидов ^{137}Cs и $^{90}Sr+^{90}Y$ удельной активностью от 1 до 50 Бк/г. Погрешность определенной удельной активности не более 6 %.

5.1.3. Средства измерения массы и объема, применяемые при приготовлении счетных образцов:

- весы лабораторные электронные с размахом показаний 0,1 мг

– весы технические с классом точности – высокий
– набор разновесов ГОСТ 7328—82
– пипетки мерные 2-го класса на 1,5 и 10 мл ГОСТ 20292—74
– колбы мерные 2-го класса на 250 и 1 000 мл ГОСТ 1770—78
– стаканы лабораторные ТС на 50, 200, 800, 1 000 и 2 000 мл ГОСТ 10394—72.

5.2. Вспомогательное оборудование:

– плитка электрическая ГОСТ 14919—83
– дистиллятор
– печь муфельная электрическая с терморегулятором до 900 °С
– шкаф сушильный термостатируемый ГОСТ 19491—74
– индикаторная бумага универсальная pH 1-10
– чашки и тигли фарфоровые на 25, 50, 100, 450 мл ГОСТ 9147—80
– чашки кварцевые на 50 мл ГОСТ 10973—64
– колбы плоскодонные ТС на 500, 1 000 и 2 000 мл ГОСТ 25336—82
– трубка цилиндрическая тонкостенная d 5,0 мм
– трубка хлоркальциевая прямая ГОСТ 25336-82
– склянка Дрекселя на 500 мл
– палочки стеклянные диаметром 3 мм
– воронки стеклянные диаметром 5, 7, 10 и 15 см ГОСТ 8613—75
– трубки резиновые вакуумные 6,0 × 1,5 мм ГОСТ 3399—76
– пробки резиновые
– шпатель металлический
– бумага фильтровальная ГОСТ 12026—66
– инфракрасная лампа мощностью 250—500 Вт
– перчатки резиновые
– металлическая посуда для сжигания проб
– ветошь, вата.

5.3. Для выполнения измерений по настоящим МР могут применяться другие средства измерений и вспомогательное оборудование, характеристики которых не хуже перечисленных в пп. 5.1—5.2.

5.4. Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о метрологической поверке.

6. Реактивы и материалы

Для выполнения измерений по настоящим МР требуются следующие реактивы и материалы:

– аммиак водный NH_4OH	ГОСТ 3760—79
– аммоний (калий) йодистый NH_4I	ГОСТ 3764—75
– вода дистиллированная H_2O	ГОСТ 6709—72
– гидроксид бария $Ba(OH)_2$	ГОСТ 4107—78
– иттрий хлористый 6-водный $YCl_3 \cdot 6H_2O$	ТУ 6-09-4773—84
– калий (натрий) железисто-синеродистый $K_4[Fe(CN)_6]$	ГОСТ 4206—75
– калий хлористый KCl	ГОСТ 3760—79
– кальций хлористый $CaCl_2$ в гранулах	ТУ 6-09-4711—81
– кислота серная концентрированная H_2SO_4	ГОСТ 4204—77
– кислота соляная концентрированная HCl,	ГОСТ 14261—77
– кислота уксусная CH_3COOH	ГОСТ 61—75
– кислота щавелевая $H_2C_2O_4$	ГОСТ 22180—76
– лантан хлористый 7-водный $LaCl_3 \cdot 7H_2O$	ТУ 6-09-4773—79
– натрий сернисто-кислый Na_2SO_3	ГОСТ 195—77
– натрий ферроцианид $Na_4Fe(CN)_6$	ГОСТ 4207—75
– никель азотно-кислый $Ni(NO_3)_2$	ГОСТ 4055—78
– спирт этиловый C_2H_5OH	ГОСТ 17299—78
– стронций хлористый 6-водный $SrCl_2 \cdot 6H_2O$	ГОСТ 4140—74
– сурьма треххлористая $SbCl_3$ (окись сурьмы)	ТУ 6-09-626—76
– цезий азотно-кислый (хлористый) $CsNO_3$	ТУ 6-09-437—83.

Примечание.
Все используемые для выполнения анализа по настоящим МР реактивы и материалы должны быть химически чистыми. Процедура приготовления рабочих растворов и растворов носителей приведена в прилож. 2. Процедура приготовления калибровочных образцов и градуировки альфа-бета-радиометра приведена в прилож. 3.

7. Требования безопасности

Работы по настоящим МР должны проводиться с соблюдением требований:

– Инструкции по технике безопасности «Работа с вредными веществами»;

– Норм радиационной безопасности НРБ-99/2009;

– Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010.

При работе с измерительными приборами и вспомогательным оборудованием необходимо соблюдать требования безопасной эксплуатации, изложенные в соответствующих разделах технической документации на приборы.

8. Требования к квалификации

К выполнению работ по настоящим МР допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие обучение и практическую подготовку по соответствующей программе, имеющие квалификацию химика, оператора (лаборанта) по радиометрическим и спектрометрическим измерениям, врача по санитарно-гигиеническим лабораторным исследованиям, врача-лаборанта, фельдшера-лаборанта или инженерно-технические работники, допущенные к выполнению работ в установленном порядке, ознакомленные с руководством по эксплуатации и техническим описанием альфа-бета-радиометра.

9. Предварительная подготовка проб к радиохимическому анализу

Отбор проб пищевых и сельскохозяйственных продуктов, почвы, других объектов окружающей среды и биопроб для анализа радиологических показателей следует производить с учетом общих требований МУК 2.6.1.1194—03, МУ 2.6.1.1868—04, МР 2.6.1.0006—10.

На каждую пробу обязательно составляется «Акт отбора пробы», в котором указывают вид пробы, дату ее отбора, наименование населенного пункта (далее по тексту – НП), вес пробы и т. д. Для проб рыбы – название водоема, из которого она выловлена, и

наименование ближайшего к водоему НП. Указывают тип водоема (река, озеро, море и т. п.). Для проб грибов и лесных ягод – название ближайшего к лесному массиву НП. Каждая отобранная проба опечатывается, снабжается этикеткой, наклеенной на емкость с пробой. В акте отбора проб должна содержаться вся информация, необходимая для идентификации вида пробы и места отбора пробы. Рекомендуемая информация приведена в прилож. 1.

Перед отбором пробы для испытания на содержание ^{137}Cs и ^{90}Sr необходимо выполнить дозиметрический контроль мощности дозы гамма-излучения на территории, где будет отобрана проба, а также мощности дозы гамма-излучения от самой пробы на расстоянии 10 см от нее (с помощью дозиметров). Если в результате предварительного дозиметрического контроля установлено превышение фонового уровня мощности дозы гамма-излучения, то этот факт должен быть отмечен в акте отбора пробы.

9.1. Требования к предварительной подготовке проб к радиохимическому анализу.

При отборе проб следует руководствоваться приведенными в п. 9.1 объемами и массами проб. На техногенно загрязненных территориях объемы отбираемых для анализа проб могут быть меньше указанных в пункте 11 МР, при этом должна быть обеспечена неопределенность измерения не более 50 %.

9.1.1. ***Молоко.*** Пробы объемом 1—2 л (точный объем пробы записывают в акте отбора пробы) выпаривают в стеклянных стаканах или фарфоровых чашках до сухого состояния. Сухой остаток сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С. Для радиохимического анализа сухого молока отбирают 100—150 г продукта. Радиохимический анализ проб сырого молока проводят не ранее, чем через 15 дней после отбора пробы, когда наступит радиоактивное равновесие между ^{90}Sr и его дочерним продуктом распада – ^{90}Y, молока стерилизованного или пастеризованного – не ранее, чем через 15 дней после даты производства.

9.1.2. ***Мясо, рыба.*** Пробы мяса и рыбы, отдельно по видам, весом 1—2 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы) измельчают, помещают в металлическую (фарфоровую) посуду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С. По видам мяса (говядина, свинина, оленина и т.д.) и рыбы пробы подготавливают отдельно.

9.1.3. ***Грибы, ягоды.*** Пробы сырых грибов и ягод, отдельно по видам, весом 0,5—1,0 кг (точный вес отобранной пробы записывают в акте отбора пробы) очищают от песка, листьев, иголок и т. д. Подготовленную таким образом пробу снова взвешивают (вес записывают в акте отбора пробы), высушивают в сушильном шкафу

при температуре 100—150 °С, помещают в металлическую (фарфоровую) посуду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

9.1.4. ***Корнеплоды (картофель, свекла, морковь и т. д.).*** Пробы весом 1—2 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы) промывают и очищают от песка и кожуры. Подготовленную таким образом пробу снова взвешивают (вес записывают в акте отбора пробы), измельчают, помещают в металлическую (фарфоровую) посуду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

9.1.5. ***Овощи (капуста, огурцы, помидоры и т. д.), садовые фрукты и ягоды (яблоки, сливы, клубника, смородина и т. д.).*** Пробы весом около 1—2 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы, при удалении из пробы косточек в акте фиксируют вес после их удаления) промывают, измельчают, помещают в металлическую (фарфоровую) посуду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

9.1.6. ***Садовая зелень (щавель, укроп и т. д.).*** Пробы весом не менее 0,5 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы) промывают, измельчают, помещают в металлическую (фарфоровую) посуду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

9.1.7. ***Естественные травы, лекарственные травы, кустарники и другая растительность, лесная подстилка, мох, лишайники, донные отложения и т. д.***

Пробы весом не менее 0,3 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы) промывают, высушивают (вес воздушно-сухой пробы записывают), измельчают, помещают в металлическую посуду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

9.1.8. ***Почва.***

Пробы весом не менее 0,1 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы) высушивают до воздушно-сухого состояния в сушильном шкафу при температуре 100—110 °С или в естественных условиях (вес воздушно-сухой пробы записывают), взвешивают и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

9.1.9. ***Торфогрунт и минеральные удобрения.***

Пробы весом не менее 0,2 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы) измельчают, помещают в металлическую (фарфоровую) посуду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

9.1.10. ***Биопробы.***

Пробы весом не менее 0,1 кг (точный вес пробы записывают в акте отбора пробы) измельчают, помещают в металлическую посу-

ду, сжигают на электроплитке и озоляют в муфельной печи при температуре не выше 450 °С.

10. Радиохимическое выделение радионуклидов и приготовление счетных образцов для определения их удельной активности

10.1. Радиохимическое выделение ^{137}Cs и ^{90}Sr из озоленной пробы пищевого продукта, сельскохозяйственного продукта, объекта окружающей среды, биопробы основано на переводе данных радионуклидов в растворимое состояние путем кислотной обработки (выщелачивания) пробы [2]. Схема радиохимического выделения ^{137}Cs и ^{90}Sr приведена в прилож. 4.

Озоленную при температуре 450 °С пробу помещают в стакан емкостью 200—500 мл, вносят растворы носителей на ^{90}Y, ^{90}Sr и ^{137}Cs – хлористый иттрий (60 мг в расчете на Y_2O_3), хлористый стронций (100 мг в расчете на $SrSO_4$) и хлористый цезий (80 мг в расчете на $Cs_3Sb_2I_9$). Пробу заливают 100—200 мл 6 н HCl и кипятят в течение часа при периодическом перемешивании стеклянной палочкой. Раствор отфильтровывают (фильтрат 1, прилож. 4), используя обеззоленный фильтр «белая лента» диаметром 12,5—15,0 см. К оставшейся части золы (осадок 1) приливают 50—100 мл 3 н HCl, кипятят 30 мин и отфильтровывают (фильтрат 2) в колбу с фильтратом (1), используя обеззоленный фильтр «белая лента» диаметром 12,5—15,0 см. Нерастворившийся остаток (осадок 2) промывают 2—3 раза горячей дистиллированной водой (15—20 мл), подкисленной 2—3 каплями 6 н HCl и отбрасывают. В случае если получен нерастворившийся остаток большого объема, его высушивают, повторно озоляют при температуре 450 °С, растворяют в 6 н HCl при кипячении, отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «белая лента» диаметром 12,5—15,0 см, промывают дистиллированной водой. Полученный фильтрат объединяют с фильтратом 1.

10.2. Из горячего солянокислого раствора пробы осаждают оксалаты щёлочно-земельных и редкоземельных элементов насыщенным раствором щавелевой кислоты или щавелевокислого аммония (50—100 мл), добавляя раствор аммиака до pH = 4. Раствор с осадком оставляют на 3—4 ч, отфильтровывают осадок (осадок 3), используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5—15,0 см, промывают дистиллированной водой, содержащей оксалат-ионы. Фильтрат (фильтрат 3) используют для определения удельной активности ^{137}Cs (п. 11.3).

Осадок (осадок 3) прокаливают при температуре 700—800 °С в течение часа, растворяют в 30—100 мл 2 н HCl, кипятят до полного удаления CO_2. Из полученного раствора осаждают гидроокиси иттрия безугольным аммиаком (до pH = 8) и отфильтровывают осадок (осадок 4), используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 11,0—12,5 см. Записывают время отделения ^{90}Y от ^{90}Sr. Фильтрат (фильтрат 4) подкисляют 2 н HCl до pH = 1,5—2,0, повторно вносят 1 мл YCl_3, оставляют на 14 суток для накопления ^{90}Y из ^{90}Sr и используют в случае необходимости повторного определения удельной активности ^{90}Sr. Осадок (осадок 4) растворяют в 30—40 мл 2 н HCl, разбавляют дистиллированной водой до 100 мл, добавляют насыщенный раствор щавелевой кислоты (около 10 мл) и аммиаком доводят pH до 1,5 для образования осадка оксалата иттрия (осадок 5). Через 20—30 мин осадок (осадок 5) отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см, промывают дистиллированной водой с оксалат-ионами и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре 800—900 °С для переведения оксалата иттрия в Y_2O_3. Прокаленный осадок растирают до состояния «пудры», переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют несколькими каплями этилового спирта, равномерно распределяют, высушивают (можно под инфракрасной лампой) и взвешивают осадок вместе с подложкой для определения химического выхода иттрия.

Вычисляют химический выход иттрия по формуле:

$$\rho_Y = \frac{m_1}{m_2}, \text{ где} \qquad (2)$$

m_1 – вес Y_2O_3 в счетном образце, мг;

m_2 – вес иттрия, внесенного в раствор, в пересчете на Y_2O_3, мг.

Результат вычислений записывают в рабочий журнал.

Измерение активности ^{90}Y в приготовленном счетном образце и определение удельной активности ^{90}Sr в пробе выполняют в соответствии с п. 11.2 МР. Проверку радиохимической чистоты выделенного ^{90}Y выполняют в соответствии с п. 11.2.5 настоящих МР.

Если при проверке радиохимической чистоты выделенного ^{90}Y скорость счета, отнесенная к величине поправки на распад в зависимости от времени, прошедшего после отделения ^{90}Y от ^{90}Sr не совпадает в пределах ошибки измерения со скоростью счета первого измерения, проводят повторное выделение ^{90}Y из выдержанного 14 суток фильтрата (4) с последующим определением удельной активности ^{90}Sr. Для этого из фильтрата (4) после кипячения

до полного удаления CO_2 осаждают гидроокиси иттрия безугольным аммиаком (до pH = 8) и отфильтровывают осадок, используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 11,0—12,5 см. Записывают время отделения ^{90}Y от ^{90}Sr. Осадок растворяют в 30—100 мл 2 н HCl, осаждают оксалаты иттрия 10 мл насыщенной щавелевой кислоты, отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см, прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре 800—900 °С. Прокаленный осадок растирают до состояния «пудры», переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют несколькими каплями этилового спирта, равномерно распределяют, высушивают (можно под инфракрасной лампой), взвешивают вместе с подложкой для определения химического выхода иттрия (повторяют операции, проведенные с осадками 4 и 5), измеряют активность ^{90}Y и определяют удельную активность ^{90}Sr в соответствии с п. 11.2 настоящих МР.

10.3. В пробах почвы радиохимическое определение удельной активности ^{90}Sr и ^{137}Cs также основано на переводе радионуклидов в растворимое состояние путем кислотной обработки (выщелачивания) пробы. Дополнительно анализ проб почвы включает стадию отделения иттрия от присутствующих в пробе почвы естественных радионуклидов.

Для этого навеску прокаленной при температуре 450 °С пробы почвы помещают в стакан емкостью 300—500 мл и вносят, помимо растворов носителей на ^{90}Y, ^{90}Sr и ^{137}Cs, раствор хлористого лантана (60 мг в расчете на La_2O_3). Пробу заливают 100—200 мл 6 н HCl и кипятят в течение часа при периодическом перемешивании стеклянной палочкой. Раствор отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «белая лента» диаметром 12,5—15,0 см. К оставшейся части почвы вновь приливают 50—100 мл 6 н HCl и кипятят 30 мин. Раствору дают отстояться и отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «белая лента» диаметром 12,5—15,0 см, в колбу с первым фильтратом. Нерастворившийся остаток почвы промывают 2—3 раза горячей дистиллированной водой (15—20 мл), подкисленной 2 каплями 6 н HCl, остаток почвы отбрасывают.

Фильтрат разбавляют дистиллированной водой в 3—5 раз, прибавляют 50—100 г кристаллической щавелевой кислоты, нагревают до растворения кристаллов и добавляют аммиак до pH = 4 для осаждения оксалатов щелочно-земельных и редкоземельных элементов. Если до достижения pH = 4 осадок окрашивается в бурый цвет гидроокиси железа, то необходимо добавить еще 25—50 г щавелевой кислоты для связывания железа в растворимый оксалатный комплекс.

Раствор с осадком оксалатов щелочно-земельных и редкоземельных элементов оставляют не менее чем на 4 ч. Осадок отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5—15,0 см и промывают дистиллированной водой. В случае если образовался осадок темного бурого цвета или большого объема, его необходимо растворить в 2 н HCl и повторить процедуру осаждения оксалатов насыщенной щавелевой кислотой. Осадок прокаливают в муфельной печи при температуре 700—800 °С в течение 1 ч. Фильтрат (фильтрат 3) используют для определения удельной активности ^{137}Cs (п. 11.3).

Прокаленный осадок растворяют в 20—30 мл 2—4 н HCl при нагревании, разбавляют дистиллированной водой и кипятят для удаления CO_2, после чего осаждают гидроокиси иттрия и лантана безугольным аммиаком, отфильтровывают осадок, используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 12,5 см, и записывают время отделения ^{90}Y от ^{90}Sr. Фильтрат (4) оставляют на накопление ^{90}Y из ^{90}Sr для повторного определения его активности. Осадок растворяют в 30—40 мл 1 н HCl, насыщают мелкорастертым сульфатом калия до появления осадка двойных сульфатов $K_2La_2(SO_4)_4$ (отделение иттрия от редкоземельных естественных радионуклидов, присутствующих в пробе почвы). Через 0,5 ч осадок отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 11,0 см, промывают раствором 1 н HCl, насыщенным сульфатом калия, и отбрасывают.

В фильтрат вновь добавляют раствор хлористого лантана (повторное отделение иттрия от присутствующих в пробе почвы естественных радионуклидов), кипятят 15—20 мин и повторяют насыщение сульфатом калия. Через 0,5 ч осадок отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 11,0 см, промывают раствором 1 н HCl, насыщенным сульфатом калия и отбрасывают.

Фильтрат разбавляют дистиллированной водой до 100—150 мл, нагревают до 80 °С и осаждают гидроокись иттрия безугольным аммиаком (до pH = 8). Отфильтровывают осадок, используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 11,0 см. Осадок растворяют в 30—40 мл 2 н HCl, добавляют насыщенный раствор щавелевой кислоты (около 10 мл) и добавлением аммиака доводят pH раствора до 1,5 для образования осадка оксалата иттрия. Через 20—30 мин осадок отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см, промывают дистиллированной водой с оксалат-ионами и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре 800—900 °С для перевода оксалата иттрия в Y_2O_3. Полученный осадок растирают до состояния «пудры», переносят на предварительно взвешенную

подложку, фиксируют несколькими каплями этилового спирта, равномерно распределяют, высушивают (можно под инфракрасной лампой), взвешивают осадок вместе с подложкой для определения химического выхода иттрия. Химический выход иттрия вычисляют по формуле (2).

Измерение активности ^{90}Y в приготовленном счетном образце и определение удельной активности ^{90}Sr в пробе выполняют в соответствии с п. 11.2 настоящих МР. Проверку радиохимической чистоты выделенного ^{90}Y выполняют в соответствии с п. 11.2.5 настоящих МР. При необходимости проводят повторное выделение ^{90}Y из выдержанного 14 суток фильтрата (4) в соответствии с п. 10.2 МР с последующим определением удельной активности ^{90}Sr в соответствии с п. 11.2 настоящих МР.

10.4. В фильтрате (фильтрат 3 – после осаждения оксалатов щелочно-земельных и редкоземельных элементов) определяют активность ^{137}Cs. Для этого в раствор последовательно вносят 10 мл 10 % азотно-кислого никеля и 10 мл ферроцианида натрия или калия, перемешивают 2—3 мин и оставляют на несколько часов (лучше на ночь) для формирования осадка. Осадок ферроцианида никеля (осадок 6), содержащего ^{137}Cs, отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя/белая лента» диаметром 15,0 см, и прокаливают в муфельной печи при температуре 450 °С в течение 2—3 ч до полного сгорания фильтра. Фильтрат (фильтрат 6) отбрасывают.

Прокаленный осадок переносят в стакан емкостью 50 мл, заливают 25—35 мл 3 н HCl и нагревают до кипения. Нерастворившиеся частицы (осадок 7) отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «белая/ желтая лента» диаметром 7,0 см, промывают на фильтре 3 н HCl и отбрасывают. Фильтрат (фильтрат 7) охлаждают, вносят в него 3 мл свежеприготовленного насыщенного раствора NH_4I, обесцвечивают раствор добавлением сернисто-кислого натрия, затем приливают 1,0 мл треххлористой сурьмы $SbCl_3$ и тщательно перемешивают раствор стеклянной палочкой до образования осадка $Cs_3Sb_2I_9$ красного цвета. Осадок выдерживают 1,0—1,5 ч (можно на ледяной бане).

Отстоявшийся осадок $Cs_3Sb_2I_9$ (осадок 8) отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя/желтая лента» диаметром 7,0 см, промывают 3—4 раза ледяной уксусной кислотой (до осветления промывных вод), затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты и высушивают. Если образовавшийся осадок имеет темный цвет или белый налет, процедуру осаждения $Cs_3Sb_2I_9$ необходимо повторить. Для этого осадок растворяют в дистиллированной воде, нерастворившуюся часть отфильтровывают с использованием обеззоленного фильтра «белая лента» диа-

метром 7,0 см и отбрасывают, в фильтрат добавляют концентрированную HCl до получения 3 н раствора, охлаждают и повторяют процедуру осаждения $Cs_3Sb_2I_9$. Высушенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют несколькими каплями этилового спирта, равномерно распределяют, высушивают (можно под инфракрасной лампой) и взвешивают осадок вместе с подложкой для определения химического выхода цезия.

Химический выход цезия определяют по формуле:

$$\rho_{Cs} = \frac{m_1}{m_2}, \text{ где} \qquad (3)$$

m_1 – вес $Cs_3Sb_2I_9$ в счетном образце, мг;

m_2 – вес цезия, внесенного в раствор, в пересчете на $Cs_3Sb_2I_9$, мг.

Измерение активности ^{137}Cs в приготовленном счетном образце и определение его удельной активности в пробе выполняют в соответствии с п. 11.3 настоящих МР.

11. Рекомендации по измерению активности счетных образцов и определению удельной активности радионуклидов в пробах

11.1. Подготовка к измерениям.

Измерения активности радионуклидов выполняют с применением альфа-бета-радиометра по схеме:

– проводят подготовку радиометра к работе согласно руководству по эксплуатации прибора;

– устанавливают в барабан радиометра чистую, пустую измерительную кювету и выполняют измерение фона в альфа- и/или бета-канале в течение 60 мин;

– измерения выполняют в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации радиометра;

– время измерения и количество накопленных импульсов (N_ϕ) заносят в рабочий журнал;

– вычисляют фоновую скорость счета импульсов n_ϕ, имп./мин, по формуле:

$$n_\phi = \frac{N_\phi}{t_\phi}, \text{ где} \qquad (4)$$

N_ϕ – количество накопленных импульсов при измерении фона, имп.;

$t_ф$ – время измерения фона, мин;

– в случае, если $n_ф$ превышает ранее определенное фоновое значение в бета- и/или альфа-канале, проводят дезактивацию барабана радиометра этиловым спиртом;

– устанавливают в барабан радиометра контрольный источник и выполняют измерение в течение 10 мин;

– время измерения $t_{ки}$, мин, и количество накопленных импульсов $N_{ки}$, имп., заносят в рабочий журнал;

– вычисляют скорость счета импульсов от контрольного источника по бета-каналу $n_{ки}$ имп./мин, по формуле:

$$n_{ки} = \frac{N_{ки}}{t_{ки}}, \text{ где} \qquad (5)$$

$N_{ки}$ – количество накопленных импульсов при измерении контрольного источника, имп.;

$t_{ки}$ – время измерения контрольного источника, мин;

– скорость счета импульсов от контрольного источника не должна отличаться от значения, указанного в свидетельстве о поверке, более чем на 5 %. В том случае, если это условие не выполняется, выясняют причины, которые могли привести к изменению чувствительности радиометра. В случае необходимости проводят ремонт, наладку прибора. После ремонта проводят поверку прибора.

11.2 Измерение активности ^{90}Y и определение удельной активности ^{90}Y (^{90}Sr).

11.2.1. Определяют коэффициент связи радиометра к излучению радионуклида ^{90}Y в соответствии с прилож. 3.

11.2.2. Устанавливают счетный образец в барабан радиометра и выполняют измерения в течение 60 мин.

11.2.3. Время измерения $t_{со}$ (мин) и количество накопленных импульсов $N_{со}$ заносят в рабочий журнал.

11.2.4. Вычисляют скорость счета импульсов от счетного образца (Y_2O_3) по бета-каналу $n_{со}$, имп./мин, по формуле:

$$n_{со} = \frac{N_{со}}{t_{со}}, \text{ где} \qquad (6)$$

$N_{со}^{(\beta)}$ – количество накопленных импульсов при измерении счетного образца, имп.;

$t_{со}$ – время измерения счетного образца, мин.

11.2.5. После вычисления скорости счета импульсов от счетного образца Y_2O_3 (^{90}Y) по бета-каналу определяют удельную активность ^{90}Y (^{90}Sr) в пробе по формуле:

$$A_{Y-90} = \frac{(n_{co} - n_{\phi}) \cdot K_Y}{\rho_Y \cdot m \cdot \exp(-\lambda_Y \cdot t)}, \text{ Бк/кг, где} \qquad (7)$$

K_Y – коэффициент связи между скоростью счета импульсов от счетного образца и его активностью для ^{90}Y и соответствующей массы счетного образца, Бк/(имп./мин);

ρ_Y – химический выход ^{90}Y, отн. ед.;

m – масса пробы, кг;

λ_Y – постоянная распада ^{90}Y;

t – время, прошедшее от момента отделения ^{90}Y от ^{90}Sr до времени измерения, ч.

Численные значения поправки на распад ^{90}Y ($T_{1/2} = 64{,}1$ ч) приведены в табл. 2.

За результат определения удельной активности ^{90}Sr принимают полученное значение удельной активности ^{90}Y.

Для проверки радиохимической чистоты выделенного ^{90}Y счетный образец измеряют дополнительно через периоды времени, равные 1—2 периодам полураспада радионуклида [3]. Скорость счета, отнесенная к величине поправки на распад в зависимости от времени, прошедшего после отделения ^{90}Y от ^{90}Sr, должна совпадать в пределах ошибки измерения со скоростью счета первого измерения.

Таблица 2

Поправка на распад ^{90}Y ($e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t}$) в зависимости от времени

Время распада ^{90}Y, часы (t)	$e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t}$	Время распада ^{90}Y, часы (t)	$e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t}$
2	0,98	45	0,62
5	0,94	50	0,58
17	0,83	64	0,50
21	0,80	72	0,47
25	0,76	96	0,35
30	0,72	120	0,27
36	0,68	144	0,31

11.3. Измерение активности ^{137}Cs и определение его удельной активности.

11.3.1. Определяют чувствительность (коэффициент связи) радиометра к излучению радионуклида ^{137}Cs в соответствии с прилож. 3.

11.3.2. Устанавливают счетный образец в барабан радиометра и выполняют измерения в течение 60 мин.

11.3.3. Время измерения t_{co}, мин, и количество накопленных импульсов N_{co} заносят в рабочий журнал.

11.3.4. Вычисляют скорость счета импульсов от счетного образца ($Cs_3Sb_2I_9$) по бета-каналу n_{co}, имп./мин по фомуле:

$$n_{co} = \frac{N_{co}}{t_{co}}, \text{ где} \qquad (8)$$

$N_{co}^{(\beta)}$ – количество накопленных импульсов при измерении счетного образца, имп.;

t_{co} – время измерения счетного образца, мин.

13.3.5. Определяют удельную бета-активность ^{137}Cs в пробе по формуле:

$$A_{Cs-137} = \frac{(n_{co} - n_{\phi}) \cdot K_{Cs}}{\rho_{Cs} \cdot m}, \text{ Бк/кг, где} \qquad (9)$$

K_{Cs} – коэффициент связи между скоростью счета импульсов от счетного образца и его активностью для ^{137}Cs и соответствующей массы счетного образца, Бк/(имп./мин);

ρ_{Cs} – химический выход ^{137}Cs, отн. ед.;

m – масса пробы, кг.

11.4. Обработка результатов измерений.

Результаты определения удельной активности радионуклидов в пробе представляют в форме:

$$A = A_{изм.} \pm \Delta A_{изм.}, \text{ Бк/кг, где} \qquad (10)$$

$A_{изм.}$ – результат измерения;

$\Delta A_{изм.}$ – абсолютная погрешность измерения, численное значение которой рассчитывают по формуле:

$$\Delta A_{изм.} = \frac{\delta \cdot A_{изм.}}{100}, \text{ Бк/кг} \qquad (11)$$

Значение δ принимают либо по табл. 1, либо рассчитывают, учитывая погрешности, возникающие на всех стадиях радиохимического анализа.

Систематические погрешности складываются из относительной погрешности:

– определения химического выхода $\delta_р$. В случае выделения изотопа без носителя включается относительная погрешность выхода изотопа, найденная в предварительных экспериментах;

– градуировки прибора $\delta_к$, суммирующейся из паспортной погрешности определения активности эталона, погрешности при отборе аликвотной части раствора и погрешности измерения активности эталонного раствора.

Среднеквадратическую погрешность измерения определяют по формуле:

$$\delta_и = \frac{100}{N_0} \cdot \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_ф}{t_ф}}, \%, \text{ где} \qquad (12)$$

N_0 – скорость счета от препарата за вычетом фона, имп./мин;

N – скорость счета от препарата с фоном, имп./мин;

t – время измерения препарата с фоном, мин;

$N_ф$ – скорость счета от фона, имп/мин;

$t_ф$ – время измерения фона, мин.

Среднеквадратическая погрешность зависит от времени измерения и не должна превышать 30 %.

Общую погрешность δ анализа рассчитывают по формуле:

$$\delta = \sqrt{\delta_к^2 + \delta_р^2 + \delta_и^2}, \%, \text{ где} \qquad (13)$$

$\delta_к$ – относительная погрешность градуировки прибора, %;

$\delta_р$ – относительная погрешность определения химического выхода, %;

$\delta_и$ – среднеквадратическая погрешность измерения, %.

Форма протокола измерений приведена в прилож. 5.

12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

12.1. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– контроль стабильности результатов измерения (на основе оценки погрешности при реализации всего анализа в соответствии со схемой, приведенной в прилож. 4).

12.2. Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля (аттестованных смесей).

12.2.1. Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (K).

12.2.2. Результат контрольной процедуры ($K_к$) рассчитывают по формуле:

$$K_к = |K_х - K_с|, \text{ где} \qquad (14)$$

$K_х$ – результат контрольного измерения активности радионуклида в образце для контроля;

$K_с$ – аттестованное значение образца для контроля.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия $\frac{K}{K_с} \cdot 100\,\% < \delta$, значения δ принимают по табл. 1 в соответствии с аттестованным значением образца для контроля.

При невыполнении условия (14) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

12.2.3. Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений, регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение 1

Информация
для внесения в акт отбора проб

На каждую пробу пищевого продукта должен составляться акт отбора, скрепленный подписями и печатью. При одновременном отборе нескольких проб в одной точке отбора (ЛПХ, рынок, производство и т. д.) допускается приводить сведения о них в одном акте.

В акте отбора проб должна быть отражена следующая информация:

1. Наименование и адрес организации (телефон, факс, e-mail), проводившей отбор проб.
2. Дата и место отбора проб (область, район, наименование населенного пункта, в котором произведен отбор, для природных пищевых продуктов – наименование НП, ближайшего к месту их сбора, для проб рыбы – наименование водоема, где был произведен вылов).
3. Источник отбора проб (частный сектор, личное подсобное хозяйство, коллективное хозяйство или торговая сеть).
4. Основание для отбора проб (по заявке заказчика, по предписанию органов госсанэпиднадзора и т. п.).
5. Цель отбора проб (определение удельной активности техногенных радионуклидов).
6. Наименование пробы (например: молоко сырое, рыба карп свежая, ягоды брусники сырые, грибы белые высушенные).
7. Характеристика условий отбора проб (дождь, снег, ясная погода и т.д.).
8. Вес пробы в сыром виде, вес пробы после удаления песка и кожуры для корнеплодов, вес пробы после удаления песка для грибов, вес концентрированной пробы, если проводилось концентрирование.
9. Уровень мощности дозы гамма-излучения на местности и от продукции (мкР/ч), тип дозиметра.

В нижней части акта отбора, после вышеперечисленной информации, указывают Ф. И. О. и подпись лиц, проводивших отбор проб, с указанием места работы и занимаемой должности. Ставят печать.

При отборе проб у частного лица в акте указывают его Ф. И. О. (полностью) и адрес. Частное лицо также подписывает акт отбора.

Пробы должны быть опечатаны после их отбора, а также после их концентрирования (высушивание или озоление) перед отправкой на исследование.

Приложение 2

Приготовление
рабочих растворов и растворов носителей

Приготовление рабочих растворов, необходимых для выполнения анализа по настоящим МР.

1. Соляная кислота, 6 н раствор: 510 мл концентрированной HCl (35—38 %) разбавляют дистиллированной водой до 1 л. Срок хранения не ограничен.

2. Соляная кислота, 3 н раствор: 255 мл концентрированной HCl (35—38 %) разбавляют дистиллированной водой до 1 л. Срок хранения не ограничен.

3. Соляная кислота, 2 н раствор: 170 мл концентрированной HCl (35—38 %) разбавляют дистиллированной водой до 1 л. Срок хранения не ограничен.

4. Соляная кислота, 1 н раствор: 85 мл концентрированной HCl (35—38 %) разбавляют дистиллированной водой до 1 л. Срок хранения не ограничен.

5. Серная кислота, 10 % раствор: приготовляют по объему растворением 100 мл концентрированной H_2SO_4 в 900 мл дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

6. Щавелевая кислота, насыщенный раствор: 10 г $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

7. Аммоний щавелево-кислый, насыщенный раствор: 12 г соли $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

8. Никель азотно-кислый, 10 %-й раствор: 50 г соли растворяют в 450 мл дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

9. Натрий железисто-синеродистый, 10 %-й раствор: 50 г соли растворяют в 450 мл дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

10. Треххлористая сурьма, раствор: 6,9 г $SbCl_3$ растворяют в 100 мл 4 н HCl (или 4,4 г Sb_2O_3 растворяют в 100 мл 4 н HCl). Срок хранения 1 год.

11. Йодистый аммоний, насыщенный раствор: 170 г соли растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Срок хранения 1 месяц.

12. Аммиак водный безугольный, раствор: получают перегонкой NH_4OH в аппарате, собранном из перегонной колбы, колбы-ловушки (можно использовать склянку Дрекселя) и приемной колбы, соединенных между собой последовательно вакуумными резиновыми трубками. К концам резиновых трубок присоединяют цилиндрические стеклянные трубки, которые сквозь резиновые

пробки, закрывающие колбы, опускаются внутрь колб. В перегонную колбу наливают NH_4OH, добавляют $Ba(OH)_2$ из расчета 3—5 г/л для связывания CO_2 и помещают ее на электрическую плитку (можно положить на плитку асбестовую сетку). В приемную колбу наливают свежеперегнанную дистиллированную воду в соотношении приблизительно $^1/_2$ к объему перегоняемого NH_4OH и помещают ее в емкость с холодной водой. Важно, чтобы конец цилиндрической стеклянной трубки, помещенной в приемную колбу, был погружен в дистиллированную воду, содержащуюся в приемной колбе. Резиновая крышка не должна плотно закрывать приемную колбу, чтобы избыток газа мог свободно улетучиваться. Перегонку проводят при слабом кипении NH_4OH. Полученный раствор безугольного аммиака хранят в колбе, плотно закрытой резиновой пробкой, в которую помещена хлоркальциевая трубка (осушитель). Срок хранения раствора безугольного аммиака 1,5 месяца.

Приготовление растворов носителей.

Использование носителей значительно упрощает радиохимический анализ, позволяя применять для выделения радионуклидов реакции осаждения труднорастворимых солей и контролировать полноту выделения изотопов. В процессе подготовки пробы к анализу и операций по отделению изотопа от примесей происходят его неконтролируемые потери. Количество радионуклида, прошедшее через весь анализ и измеренное по его радиоактивности, составляет лишь долю от первоначального. Для определения значения этой доли в пробу на самом первом этапе ее обработки добавляют известное количество носителя. Отношение количества носителя, измеренного на выходе, к количеству носителя, добавленного в пробу, дает величину химического выхода изотопа.

Носителями радиоактивных изотопов обычно служат стабильные изотопы определяемых радионуклидов, добавляемые в пробу в виде растворов тех или иных солей, как правило, соляно- или азотнокислых. Количество вводимого носителя зависит от принятых условий измерения радиоактивности препарата. При определении бета-излучателей следует стремиться к уменьшению количества носителя, так как это приводит к получению препарата с более высокой удельной активностью и к соответствующему уменьшению коэффициента связи между скоростью счета и активностью препарата. Обычно для бета-излучателей количество носителя выбирают равным 50—60 мг в пересчете на весовую форму, в виде которой носитель выделяют из пробы и взвешивают (при измерении бета-активности на подложках площадью 2,5 $см^2$). В этих условиях для определения альфа-излучателей в толстом слое

количество вводимого в пробу носителя в пересчете на форму взвешивания составляет 80—100 мг.

Все растворы носителей должны быть либо соляно-кислыми, либо азотно-кислыми и не должны содержать других анионов, например, SO_4^{-2}. Количество приготовленного носителя зависит от числа проводимых в лаборатории анализов.

Все мерные колбы с растворами носителей должны быть закрыты резиновыми пробками соответствующих размеров и снабжены этикетками с указанием титра носителя и даты его приготовления. Титры носителей необходимо проверять два раза в год.

Для приготовления титрованного раствора любого носителя необходимо:

– рассчитать соотношение молекулярных масс соединения носителя, из которого приготовлен раствор, и соединения носителя, которое применяется в качестве счетного образца при измерении активности радионуклида;

– проводить определение титра носителя в условиях, аналогичных тем, которые используются на последней стадии радиохимического анализа при выделении данного носителя (радионуклида).

Ниже приведены методики приготовления носителей для определения весовым методом химического выхода радионуклидов при определении их удельной активности в пробах пищевых и сельскохозяйственных продуктов, почвы, других объектов внешней среды и биопробах.

1. Приготовление титрованного раствора иттрия

Исходная соль для приготовления раствора – $YCl_3 \cdot 6H_2O$. Соединение, в виде которого выделяется носитель на последней стадии анализа, – Y_2O_3. Объем приготовляемого раствора носителя - 100 мл. Заданный титр Y_2O_3 – 60 мг/мл, т. е. в 100 мл раствора должно содержаться 60 мг × 100 мл = 6 г Y_2O_3.

Молекулярная масса $YCl_3 \cdot 6H_2O$ – 303,4.

Молекулярная масса Y_2O_3 – 225,8.

Для получения одной молекулы Y_2O_3 необходимо две молекулы $YCl_3 \cdot 6H_2O$, молекулярная масса которых составляет 606,8.

Расчет титра сводится к следующему:

$$\begin{matrix} 606{,}8 - 225{,}8 \\ X\ (г) - 6\ (г) \end{matrix} \rightarrow X = \frac{606{,}8 \cdot 6}{225{,}8} = 16{,}12\ г$$

Таким образом, для приготовления 100 мл раствора YCl_3 с титром Y_2O_3 – 60 мг/мл необходима навеска соли ($YCl_3 \cdot 6H_2O$) массой 16,12 г. Навеску помещают в стакан емкостью 150 мл, добавляют 15—20 мл 2 н HCl, нагревают до растворения осадка, разбавляют дистиллированной водой до 70 мл, охлаждают. Раствор перелива-

ют в мерную колбу емкостью 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

Для определения титра раствора в пять стаканов емкостью 150 мл отбирают по 1 мл приготовленного раствора носителя, добавляют 10—15 мл 2 н HCl и дистиллированную воду до 60—70 мл. После нагревания до 70 °С добавляют 10 мл насыщенного раствора $H_2C_2O_4$ и раствором NH_4OH доводят до pH~1,5. После отстаивания (около 30 мин) осадки отфильтровывают через обеззоленный фильтр «синяя лента», промывают дистиллированной водой с добавлением $H_2C_2O_4$. Фильтры с осадками помещают в тигли, обугливают на электрической плитке, переносят в муфельную печь, прокаливают при 800 °С в течение 1 ч, после охлаждения взвешивают. Вычисляют среднее арифметическое значение массы осадка, которое считают точной концентрацией, т. е. титром иттрия ($T_{Y_2O_3}$) в растворе.

2. Приготовление титрованного раствора стронция

Исходная соль для приготовления раствора – $SrCl_2 \cdot 6H_2O$. Соединение, в виде которого выделяется носитель на последней стадии анализа, – $SrSO_4$. Объем приготовляемого раствора носителя - 100 мл. Заданный титр $SrSO_4$ – 100 мг/мл, т. е. в 100 мл раствора должно содержаться 100 мг × 100 мл = 10 г $SrSO_4$.

Молекулярная масса $SrCl_2 \cdot 6H_2O$ – 266,62.

Молекулярная масса $SrSO_4$ – 183,7.

Расчет титра сводится к следующему:

$$\begin{matrix} 266{,}62 - 183{,}7 \\ X\ (г) - 10\ (г) \end{matrix} \rightarrow X = \frac{266{,}62 \cdot 10}{183{,}7} = 14{,}51\ г$$

Таким образом, для приготовления 100 мл раствора $SrCl_2$ с титром $SrSO_4$ ~ 100 мг/мл необходима навеска соли ($SrCl_2 \cdot 6H_2O$) массой 14,51 г. Навеску помещают в стакан емкостью 150 мл, добавляют 30 мл 2 н HCl, разбавляют дистиллированной водой до 70 мл. Нагревают до полного растворения осадка. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу емкостью 100 мл, доводят дистиллированной водой до метки.

Для определения титра в пять стаканов емкостью 150 мл отбирают по 1 мл приготовленного раствора, добавляют 10—15 мл 2 н HCl, 10—15 мл дистиллированной воды, 10 мл 10 % H_2SO_4 и равное по объему количество этилового спирта. После отстаивания в течение 2—3 ч осадки отфильтровывают через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно перенося их со стенок стаканов горячей дистиллированной водой с добавлением нескольких капель 10 % H_2SO_4. Фильтры с осадками помещают в тигли, обугливают на электрической плитке, переносят в муфельную печь, прокаливают при 800 °С в течение 1 ч, после охлаждения взвешивают. Вычисля-

ют среднее арифметическое значение массы осадка, которое считают точной концентрацией, т. е. титром стронция (T_{SrSO_4}) в растворе.

3. Приготовление титрованного раствора цезия

Исходная соль для приготовления раствора – CsCl. Соединение, в виде которого выделяется носитель на последней стадии анализа - $Cs_3Sb_2I_9$. Объем приготовляемого раствора носителя - 100 мл. Заданный титр $Cs_3Sb_2I_9$ – 100 мг/мл, т. е. в 100 мл раствора должно содержаться 100 мг × 100 мл = 10 г $Cs_3Sb_2I_9$.

Молекулярная масса CsCl – 168,36.

Молекулярная масса $Cs_3Sb_2I_9$ – 1 784,2.

Для получения одной молекулы $Cs_3Sb_2I_9$ необходимо три молекулы CsCl, молекулярная масса которых составляет 505,08.

Расчет титра сводится к следующему:

$$\begin{matrix} 505{,}08 - 1\,784{,}2 \\ X\,(г) - 10\,(г) \end{matrix} \rightarrow X = \frac{505{,}08 \cdot 10}{1\,784{,}2} = 2{,}83\,г$$

Таким образом, для приготовления 100 мл раствора CsCl с титром $Cs_3Sb_2I_9$ ~ 100 мг/мл необходима навеска соли CsCl массой 2,83 г. Навеску помещают в стакан емкостью 150 мл, добавляют 70—80 мл дистиллированной воды, 5 мл 2 н HCl, переливают в мерную колбу емкостью 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

Для определения титра раствора в пять стаканов емкостью 150 мл отбирают по 1 мл приготовленного раствора носителя, 30—40 мл 3 н HCl, 3 мл свежеприготовленного раствора NH_4I или 3,5 мл KI (170 г NH_4I на 100 мл H_2O; 140 г KI на 100 мл H_2O), затем при постоянном перемешивании добавляют 0,8—1,0 мл раствора $SbCl_3$ до выпадения осадка $Cs_3Sb_2I_9$ красного цвета. Осадок выдерживают 1—2 ч на водяной бане, отфильтровывают через обеззоленный фильтр «синяя лента», промывают 3 раза ледяной уксусной кислотой, затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты, сушат под инфракрасной лампой, взвешивают. Вычисляют среднее арифметическое значение массы осадка, которое считают точной концентрацией, т. е. титром цезия ($T_{Cs_3Sb_2I_9}$) в растворе.

4. Приготовление титрованного раствора лантана.

Исходная соль для приготовления раствора – $LaCl_3 \cdot 7H_2O$. Соединение, в виде которого выделяется носитель на последней стадии анализа, – La_2O_3. Объем приготовляемого раствора носителя – 100 мл. Заданный титр La_2O_3 – 50 мг/мл, т. е. в 100 мл раствора должно содержаться 50 мг × 100 мл = 5 г La_2O_3.

Молекулярная масса $LaCl_3 \cdot 7H_2O$ – 371,38.

Молекулярная масса La_2O_3 – 325,82.

Для получения одной молекулы La_2O_3 необходимо две молекулы $LaCl_3 \cdot 7H_2O$, молекулярная масса которых составляет 742,46.

Расчет титра сводится к следующему:

$$\begin{matrix} 742{,}46 - 325{,}82 \\ X\,(г) - 5\,(г) \end{matrix} \rightarrow \quad X = \frac{742{,}46 \cdot 5}{325{,}82} = 11{,}40\ г$$

Таким образом, для приготовления 100 мл раствора $LaCl_3$ с титром La_2O_3 ~ 50 мг/мл необходима навеска соли ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) массой 11,40 г. Навеску помещают в стакан емкостью 150 мл, растворяют при нагревании в 20—40 мл 2н HCl. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу емкостью 100 мл, доводят дистиллированной водой до метки.

Для определения титра приготовленного раствора в пять стаканов емкостью 150 мл отбирают по 1 мл приготовленного раствора носителя, добавляют 10—15 мл 2 н HCl и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл. Нагревают раствор до 80 °С и осаждают $La(OH)_3$, добавляя раствор NH_4OH до pH = 8—9. Осадки отфильтровывают через обеззоленный фильтр «белая лента», тщательно перенося их со стенок стаканов горячей дистиллированной водой. Фильтры с осадками помещают в тигли, обугливают на электрической плитке, переносят в муфельную печь, прокаливают при 800 °С в течение 1 ч, после охлаждения взвешивают. Вычисляют среднее арифметическое значение массы осадка, которое считают точной концентрацией, т. е. титром лантана ($T_{La_2O_3}$) в растворе.

Приложение 3

Приготовление калибровочных образцов и градуировка альфа-бета радиометра

1. Подготовка аппаратуры к измерениям

1.1. Измерения активности радионуклидов выполняют с применением альфа-бета радиометра.

1.2. Проводят подготовку радиометра к работе согласно руководству по эксплуатации к прибору.

1.3. Устанавливают в барабан радиометра чистую, пустую измерительную кювету и выполняют измерение фона в бета-канале и альфа-канале в течение не менее 60 мин.

1.4. Измерения выполняют в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации радиометра.

2. Градуировка альфа-бета радиометра для измерения активности бета-излучающих радионуклидов: $^{90}Sr(^{90}Y)$, ^{137}Cs, ^{40}K

2.1. Для приготовления калибровочных образцов $^{90}Sr(^{90}Y)$ используется эталонный раствор радионуклидов $^{90}Sr(^{90}Y)$ объемной активностью 10—100 Бк/см^3. К отобранным аликвотам эталонного раствора одинакового объема, перенесенным в термостойкие химические стаканы (готовят 10—15 образцов), добавляют 20—30 мл 2 н HCl, вносят растворы носителей ^{90}Y – хлористый иттрий (от 20 до 200 мг в расчете на Y_2O_3) и хлористый стронций (100 мг в расчете на $SrSO_4$), разбавляют дистиллированной водой до 100 мл и кипятят в течение 20—30 мин. Из горячего раствора осаждают гидроокись иттрия добавлением безугольного аммиака до pH = 8—9, осадок отфильтровывают и промывают горячей дистиллированной водой. Время отделения ^{90}Y от ^{90}Sr записывают и учитывают при расчете активности. Осадок переносят в фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при температуре 800—900 °С до получения окиси иттрия Y_2O_3. Полученный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют несколькими каплями этилового спирта, равномерно распределяют, высушивают, взвешивают осадок вместе с подложкой для определения массы полученного образца. Таким образом, готовят 10—15 образцов с разной массой (20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160, 180 и 200 мг) для измерения активности ^{90}Sr по его дочернему радионуклиду ^{90}Y. Активность ^{90}Y в приготовленном счетном образце измеряют в соответствии с п. 11.2 настоящих МР.

Рассчитывают коэффициенты связи между активностью счетных образцов разной массы и скоростью счета импульсов от излучения ^{90}Y по формуле:

$$K_{Y-90} = \frac{A_{Y-90}}{n \cdot e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t}}, \text{ (Бк)/(имп./мин), где} \qquad (15)$$

A_{Y-90} – активность ^{90}Y в счетном образце, Бк;
n – скорость счета импульсов в счетном образце за вычетом скорости счета фона, имп./мин;
$e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t}$ – поправка на распад ^{90}Y (табл. 2).

Строят график зависимости коэффициентов связи от массы счетного образца на подложке (рис. 1).

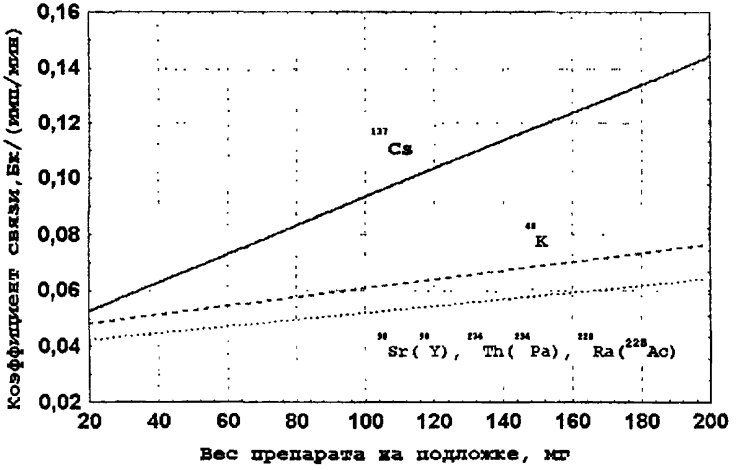


Рис. 1. Зависимость коэффициентов связи между скоростью счета импульсов от бета-излучения толстослойных препаратов радионуклидов и их активностью от массы счетного образца на подложке площадью 2,5 см^2

2.2. Для приготовления калибровочных образцов ^{137}Cs используют эталонный раствор радионуклида ^{137}Cs объемной активностью 10—100 Бк/см^3. В стаканы на 50 мл вносят растворы носителя ^{137}Cs – хлористый цезий (от 20 до 200 мг в расчете на $Cs_3Sb_2I_9$) и аликвоты эталонного раствора одинакового объема, добавляют 30—40 мл 3 н HCl и кипятят 15—20 мин. После чего раствор разбавляют дистиллированной водой до первоначального объема и охлаждают. В полученные растворы вносят по 3 мл свежеприготовленного насыщенного раствора NH_4I (или KI), приливают 0,8 мл 10 %-го раствора треххлористой сурьмы $SbCl_3$ и хорошо перемешивают рас-

твор стеклянной палочкой до образования красного осадка. Осадок выдерживают в течение 1,5—2,0 ч (можно на ледяной бане). Отстоявшийся осадок $Cs_3Sb_2I_9$ отфильтровывают, промывают 3—4 раза ледяной уксусной кислотой (до осветления промывных вод), затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты и высушивают. Высушенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют несколькими каплями этилового спирта, равномерно распределяют, высушивают, взвешивают осадок вместе с подложкой для определения массы полученного образца. Таким образом готовят 10—15 образцов с разной массой (20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160, 180 и 200 мг) для измерения активности ^{137}Cs. Активность ^{137}Cs в приготовленных счетных образцах измеряют в соответствии с п. 11.3 настоящих МР.

Рассчитывают коэффициенты связи между активностью счетных образцов разной массы и скоростью счета импульсов от излучения ^{137}Cs по формуле:

$$K_{Cs-137} = \frac{A_{Cs-137}}{n \cdot \rho_{Cs}}, \text{ (Бк)/(имп./мин), где} \qquad (16)$$

A_{Cs-137} – активность ^{137}Cs в счетном образце, Бк;

n – скорость счета импульсов в счетном образце за вычетом скорости счета фона, имп./мин;

ρ_{Cs} – химический выход ^{137}Cs, отн. ед.

Строят график зависимости коэффициентов связи от массы счетного образца на подложке (рис. 1).

2.3 Зная коэффициент связи между активностью и скоростью счета импульсов KCl, можно определить коэффициент связи для бета-излучающих радионуклидов со средней энергией излучения не менее 1 000 кэВ.

Для приготовления калибровочных образцов ^{40}K используется химически чистый хлористый калий, удельная бета-активность которого равна 0,0143 Бк/мг. KCl предварительно прокаливают при температуре 120—130 °С в течение 2 ч, затем растирают в фарфоровой ступке. Готовят серию из 10—15 контрольных источников из разных навесок KCl (от 20 до 200 мг) на таких же подложках, какие используются для радиометрии счетных образцов определяемых радионуклидов и измеряют активность ^{40}K в приготовленных счетных образцах.

Рассчитывают коэффициенты связи между активностью счетных образцов разной массы и скоростью счета импульсов от излучения ^{40}K по формуле:

$$K_{KCl} = \frac{0{,}0143 \cdot m}{n_{KCl}}, \text{ Бк/(имп./мин), где} \qquad (17)$$

0,0143 – удельная бета-активность KCl, Бк/мг;
m – масса измеряемого препарата, мг;
n_{KCl} – скорость счета импульсов (имп./мин) от препарата KCl массой m, мг.

Строят график зависимости коэффициентов связи от массы счетного образца на подложке (рис. 1).

Коэффициент связи между активностью и скоростью счета импульсов бета-излучающих радионуклидов со средней энергией излучения не менее 1 000 кэВ (K_x) определяют по формуле:

$$K_x = K_{KCl} \cdot \frac{P_{c,KCl} \cdot P_{n,KCl}}{P_{c_x} \cdot P_{n_x}}, \text{ Бк/(имп./мин), где} \qquad (18)$$

K_{KCl} – коэффициент связи между скоростью счета импульсов от счетного образца и его активностью для ^{40}K и соответствующей массы счетного образца, Бк/(имп./мин);
$P_{c,KCl}$ – коэффициент самопоглощения бета-излучения для ^{40}K;
$P_{n,KCl}$ – поправка на поглощение бета-частиц в материале окошка счетчика для ^{40}K;
P_{c_x} – коэффициент самопоглощения излучения для бета-излучающего радионуклида;
P_{n_x} – поправка на поглощение бета-частиц в материале окошка счетчика для бета-излучающего радионуклида.

Коэффициент самопоглощения (P_c) определяют по формуле:

$$P_c = \left[1 - \exp\left(-0{,}693 \cdot \frac{d}{\Delta_{1/2}}\right)\right] \cdot \frac{\Delta_{1/2}}{0{,}693 \cdot d}, \text{ где} \qquad (19)$$

d – толщина слоя препарата на подложке, мг/см^2;
$\Delta_{1/2}$ – слой половинного ослабления бета-частиц, мг/см^2 [4].

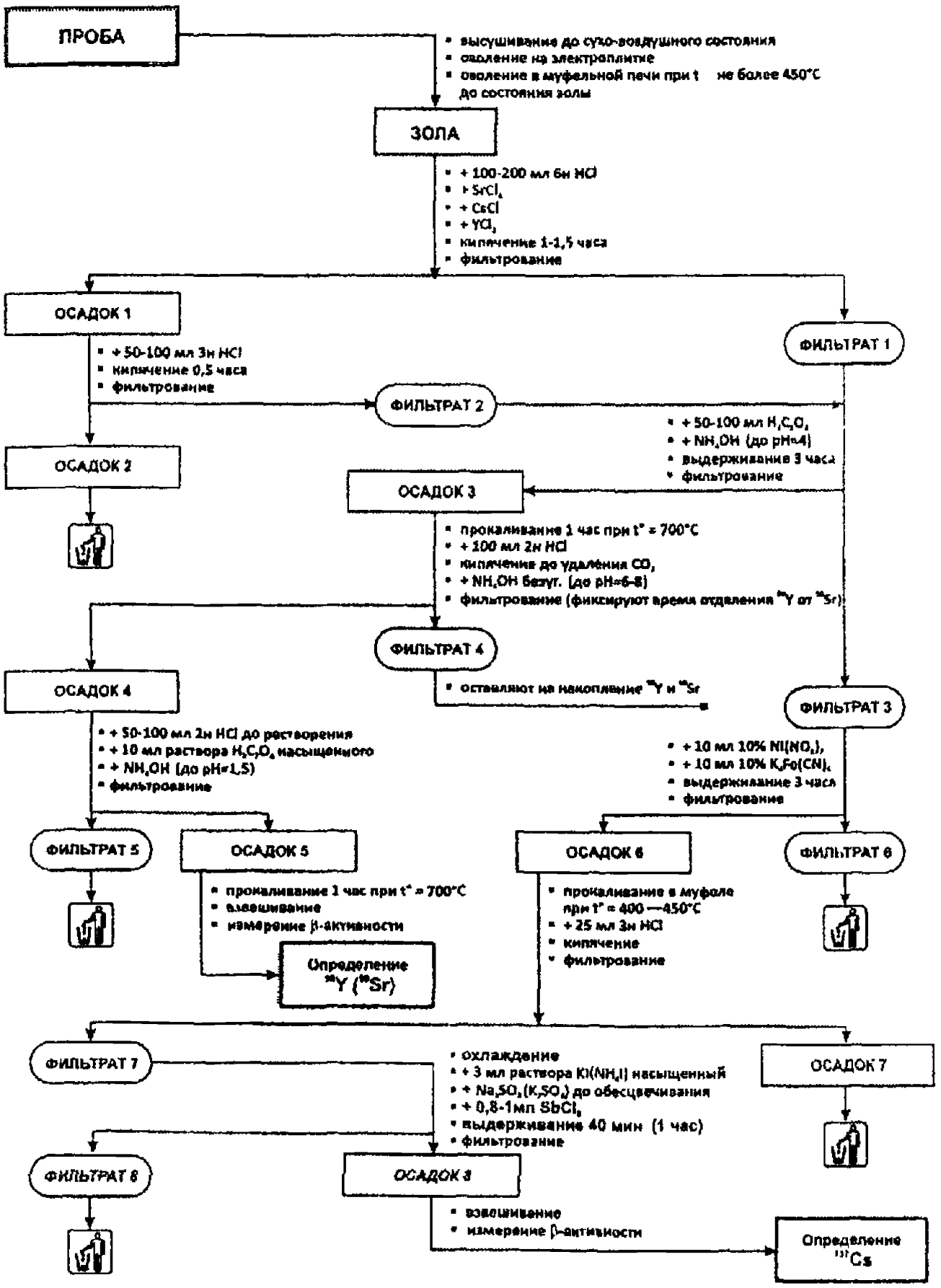
Поправку на поглощение бета-частиц в материале окошка счетчика определяют по формуле:

$$P_n = \exp\left(-0{,}693 \cdot \frac{h}{\Delta_{1/2}}\right), \text{ где} \qquad (20)$$

h – толщина материала окошка счетчика, мг/см^2.

Приложение 4

Схема
радиохимического определения удельной активности радионуклидов ^{137}Cs и ^{90}Sr в пробах пищевых и сельскохозяйственных продуктов, объектов окружающей среды и биопробах



Приложение 5

Информация, которая должна быть отражена в протоколе испытаний

Название организации

Аккредитованный испытательный лабораторный центр

Юридический адрес:
Телефон, факс:
ОКПО ....., ОГРН .....
ИНН/КПП .....

Аттестат аккредитации
№ ... от «__» _____ 201 г.
Зарегистрирован в Госреестре:
№ РОСС RU.... от «__» ___ 201 г.
Действителен до «__» _____201 г.

Протокол
лабораторных исследований пищевых продуктов (объектов окружающей среды) по показателям радиационной безопасности № _____ от «___» _____ 201__г.

Наименование пробы (образца)_____

Пробы (образцы) направлены _____

_____

(наименование, адрес, подразделение организации, направившей пробы)

Дата и время отбора пробы (образца) _____

Дата и время доставки пробы (образца)_____

Цель отбора _____

Юридическое лицо, индивидуальный предприниматель или физическое лицо, у которого отбирались пробы _____

_____

(наименование и юридический адрес)

Объект, где производился отбор пробы (наименование, фактический адрес): _____

_____

(магазин, рынок, ЛПХ, адрес, для проб грибов, ягод, дичи, речной и озерной рыбы – ближайший к месту отбора населенный пункт и т. д.)

Нормативный документ на методику отбора _____

Условия транспортирования _____

Условия хранения _____

Дополнительные сведения _____

общее количество страниц ____: страница 1

Средства измерений:

№ п/п	Наименование средств измерений	Заводской номер	№ свидетельства о госповерке, дата	Дата окончания действия свидетельства	Кем выдано свидетельство

Нормативно-методическая документация (название, номер и дата утверждения, кем утверждено):

1. СанПиН 2.6.1.2523—09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)».
2. СП 2.6.1.2612—10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)».
3. СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов».
4. СанПиН 2.3.2.2650—10 «Дополнения и изменения 18 к СанПиН 2.3.2.1078—01».
5. МУК 2.6.1.1194—03 «Радиационный контроль. Стронций-90 и цезий-137. Пищевые продукты. Отбор проб, анализ и гигиеническая оценка».
6. Методика выполнения измерений (название, номер и дата утверждения, кем утверждена).

Дата проведения измерений: «____» _____ 20__ г.

Результаты измерений удельной активности радионуклидов, Бк/кг:

№ п/п	Вид пробы	Определяемый радионуклид	Результат измерений, Бк/кг	Неопределенность измерений (P = 0,95), Бк/кг	Гигиенический критерий (ДУ), Бк/кг	Показатель соответствия, B + ΔB
1	2	3	4	5	6	7
1	Картофель	^{137}Cs	0,50	0,20	80	< 1
		^{90}Sr	0,20	0,08	40	
2	Молоко коровье	^{137}Cs	10	2,0	100	< 1
		^{90}Sr	0,80	0,24	25	

Продолжение табл.

1	2	3	4	5	6	7
3	Грибы лисички	^{137}Cs	100	20	500	< 1
		^{90}Sr	1,0	0,30	–	
...	...	...	...	...	...	...

Заключение: _____

_____

_____

Исследования проводили: _____

_____

_____

(Должность) (Ф.И.О.) (Подпись)

Заведующий лабораторией _____

_____

(Ф.И.О.) (Подпись)

Приложение б

Нормативные ссылки

При подготовке настоящих МР учтены требования следующих нормативных документов:

1. Федеральный закон от 9 января 1996 г. № 3-ФЗ «О радиационной безопасности населения».
2. Федеральный закон от 30 марта 1999 г. № 52-ФЗ «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения».
3. Постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 07.07.2009 № 47 «Об утверждении СанПиН 2.6.1.2523-09 "Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)».
4. Постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 26.04.2010 № 40 «Об утверждении СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)».
5. Постановление Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 14.11.2001 № 36 «О введении в действие СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов».
6. Методические указания МУК 2.6.1.1194—03 «Радиационный контроль. Стронций-90 и цезий-137. Пищевые продукты. Отбор проб, анализ и гигиеническая оценка», утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 20 февраля 2003 г.
7. Методические указания МУ 2.6.1.1868—04 «Внедрение показателей радиационной безопасности о состоянии объектов окружающей среды, в том числе продовольственного сырья и пищевых продуктов, в систему социально-гигиенического мониторинга», утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации 5 марта 2004 г.
8. Методические рекомендации МР 2.6.1.0006—10 «Проведение комплексного экспедиционного радиационно-гигиенического обследования населенного пункта для оценки доз облучения населения», утверждены Роспотребнадзором 9 августа 2010 г.

Приложение 7

Термины и определения

В настоящем документе принята терминология в соответствии с НРБ-99/2009 и ОСПОРБ-99/2010. В дополнение к ним используются следующие термины:

Биологическая проба – проба биологического или секционного материала.

Контрольный источник – радионуклидный источник ионизирующего излучения, предназначенный для калибровки средств измерений ионизирующих излучений.

Контрольный образец сравнения – радионуклидный источник ионизирующего излучения, служащий для калибровки по нему других источников ионизирующего излучения, утверждённый в качестве образцового в установленном порядке.

Коэффициент связи – коэффициент, связывающий активность счетного образца со скоростью счета импульсов радиометрического прибора от его излучения.

Минимальная измеряемая активность – $A_{мин}$-активность радионуклида в счетном образце, при измерении которой на данной радиометрической установке за время экспозиции один час относительная случайная (статистическая) погрешность результата измерений составляет 50 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Носитель – вещество, которое будучи связано с ничтожно малым (индикаторным) количеством другого вещества, проносит последнее через весь химический или физический процесс.

Проба – определенное количество продукта, отобранное из контролируемого объекта в соответствии с принятой методикой отбора проб.

Радиометрическая установка – техническое средство (радиометр, спектрометр) для измерения активности (удельной активности) радионуклидов в счетном образце.

Счетный образец – определённое количество вещества, полученное из пробы согласно установленной методике и предназначенное для измерений его параметров на радиометрической установке в соответствии с регламентированной методикой выполнения измерений.

Химический выход радионуклида – отношение количества носителя радионуклида в измеряемом образце к количеству носителя этого радионуклида, добавленного в пробу.

Список использованной литературы

1. Сапожников Ю.А., Алиев Р.А., Калмыков С.Н. Радиоактивность окружающей среды. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2006. 286 с.

2. Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды. Под ред. А.Н. Марея и А.С. Зыковой. М.: МЗ СССР, 1980. 88 с.

3. Лаврухина А.К., Малышева Т.В., Павлоцкая Ф.И. Радиохимический анализ. М.: Издательство академии наук СССР, 1963. 220 с.

4. Гусев Н.Г. Справочник по радиоактивным излучениям и защите. М.: Государственное издательство медицинской литературы Медгиз, 1956. 128 с.

Радиохимическое определение удельной активности цезия-137 и стронция-90 в пробах пищевой продукции, почвы, других объектов окружающей среды и биопробах

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0094—14

Редактор Н. В. Кожока
Технический редактор А. А. Григорьев

Подписано в печать 30.12.14

Формат 60×88/16 Печ. л. 2,75
Тираж 200 экз. Заказ 89

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер. д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

gost.e-ecolog.ru