ШТАБ ГРАЖДАНСКОЙ ОБОРОНЫ РОССИИ
ВСЕСОЮЗНЫЙ ЦЕНТР НАБЛЮДЕНИЯ И ЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ

МЕТОДИКИ

ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАДИОАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В АЭРОЗОЛЯХ, ВОДЕ, ПОЧВЕ И ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ

МОСКВА — 1992

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ МЕЖВЕДОМСТВЕННОЙ КОМИССИИ ПО РАДИАЦИОННОМУ КОНТРОЛЮ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

Ю.А.Израэль

17 марта 1989 года

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по отбору проб пресной воды и их первичной обработке для определения содержания радионуклидов

Одобрено Методической секцией Межведомственной комиссии по радиационному контролю природной среды при Госкомгидромете СССР 17.3.89г.

В составлении и экспертной оценке методических указаний принимали участие:

от Госкомгидромета СССР – НПО "Тайфун", ЛАМ, ИПГ;
от АН СССР – ГЕОХИ;
от Госагропрома СССР – ЦИНАО, ВНИИТИХИМ;
от Минздрава СССР – ИГЭ;

от Госстандарта СССР – НПО "ВНИИФТРИ"

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОТБОРУ ПРОБ ПРЕСНОЙ ВОДЫ И ИХ ПЕРВИЧНОЙ ОБРАБОТКЕ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РАДИОНУКЛИДОВ

ОТБОР ПРОБ ПРЕСНОЙ ВОДЫ, ИЗМЕРЕНИЕ СУММАРНОЙ БЕТА-АКТИВНОСТИ, ПЕРВИЧНАЯ ОБРАБОТКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СТРОНЦИЯ-90, ЦЕЗИЯ-137 И ДРУГИХ РАДИОНУКЛИДОВ

Отбор проб осуществляется на гидропостах, измерение суммарной бета-активности и первичная обработка на гидрологических станциях, радиохимический и гамма-спектрометрический анализы в специальной лаборатории.

ОТБОР ПРОБ И ИЗМЕРЕНИЕ СУММАРНОЙ БЕТА-АКТИВНОСТИ

Пробы воды из водоема отбираются из поверхностного слоя на рейдовой вертикали как правило на стрежне реки с гидрометрической переправы, лодки или катера специально для этого предназначенным полиэтиленовым ведром. Перед отбором пробы ведро и полиэтиленовая канистра, в которую отбирается проба, тщательно споласкивается водой на месте отбора.

Объем отбираемой пробы 13 л.

Отобранная проба из ведра переливается в канистру, маркируется и доставляется на гидрологическую станцию. Данные о каждой пробе воды записываются в журнал (водоем, место и дата отбора, характеристика гидрологического или уровенного режима).

В день отбора после доставки пробы на гидрологическую станцию проводится измерение суммарной бета-активности на бета-радиометре РУБ4-1еМ в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Для этого после перемешивания всей пробы отбирается 1 л. После измерения эта часть пробы отбрасывается.

Оставшаяся часть пробы (12 л) фильтруется через фильтр "синяя лента" на обычной конусообразной воронке (стеклянной или полиэтиленовой) или под вакуумом на воронке Бюхнера, в колбу Бунзена или специальной односекционной фильтровальной установке , используя для создания вакуума микрокомпрессор ВУ-1,5, водоструйный насос или насос Камовского. Фильтр с осадком подсушивается на воздухе, маркируется (на краю фильтра указывается название водоема, место и дата отбора, объем отфильтрованной воды), складывается осадком вовнутрь и упаковывается в маркированный полиэтиленовый пакет для пересылки в спецлабораторию.

Если суммарная бета-активность измеренной неотфильтрованной пробы равна или превышает величину 4.10^{-10} Ки /л ($ДК_Г$ для стронция-90), то проводится повторное измерение суммарной бета-активности уже отфильтрованной пробы. Если при повторном измерении регистрируется превышение указанной величины, то определение содержания стронция-90 проводится в двух литровых пробах. В этом случае 2 л отфильтрованной воды, в том числе и вода из прибора, в двух литровых полиэтиленовых бутылочках вместе с сопроводительной запиской, в которой указаны данные о пробе, отсылаются в спецлабораторию.

Если суммарная бета-активность пробы ниже указанной величины, то определение стронция-90 проводится из объединенной пробы за 15-20-дневный период наблюдений. В каждый срок наблюдений в полиэтиленовую канистру или стеклянную бутыль (емкостью 20 л) сливается по одному литру фильтрованной воды. Вода из прибора после измерения отбрасывается.

Оставшуюся часть отфильтрованной воды (10 л) подвергают первичной обработке для определения содержания цезия-137.

Из объединенной пробы, предназначенной для определения стронция-90, отбирается 0,5 л воды в чистую полиэтиленовую

бутылочку для определения исходного содержания кальция, которое выполняется обычно в соответствующей территориальной гидрохимической лаборатории. В дальнейшем в ходе радиохимического анализа полученные данные о содержании кальция используются для расчета выхода стронция.

Устанавливается точный объем оставшейся объединенной пробы.

Если на гидрологической станции представляется возможным в объединенную пробу внести в виде титрованного раствора точное количество носителя стабильного стронция (50 мг в расчете на металл), то после добавления носителя стронция проба тщательно перемешивается, отбирается 0,2 л воды в чистую полиэтиленовую бутылочку для определения исходного содержания стронция и производится предварительная обработка пробы. В этом случае выход стронция-90 в ходе радиохимического анализа определяется по стабильному стронцию плазменно-фотометрическим методом. Сведения о добавлении носителя стронция в пробу указываются в сопроводительной записке.

ПЕРВИЧНАЯ ОБРАБОТКА ПРОБ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СТРОНЦИЯ-90

В зависимости от степени минерализации воды, в частности, от содержания кальция, применяется одна из двух методик первичной обработки проб воды. Одна из них основана на том, что бикарбонат кальция и магния, находящиеся в воде в растворенном состоянии (их присутствием обусловлена временная жесткость воды), при добавлении углекислого аммония и раствора аммиака переходят в малорастворимые соединения – карбонаты кальция и магния. Радиоактивный стронций вместе со своим стабильным изотопом соосаждается с карбонатами указанных щелочноземельных металлов.

Другая методика основана на том, что все катионы, в том

числе и стронций, находящийся в растворенном состоянии в воде, сорбируются на ионообменной смол .

Многочисленные одновременные определения выходов кальция и стронция в ходе указанных методов первичной обработки и последующего радиохимического анализа показали, что выходы этих элементов практически совпадают (расхождение не превышает 10-15%)

Для рек и водоемов с большей минерализацией воды (содержание кальция больше 20 мг/л).

В пробу воды объемом 15-20 л вносится 12 г соли углекислого аммония ($(NH_4)_2CO_3$ после чего проба перемешивается до полного растворения соли и в нее добавляется 80 мл концентрированного 25%-ного раствора аммиака, после добавления аммиака выпадает белый осадок карбонатов кальция и частично магния. Проба тщательно перемешивается стеклянной палочкой в течение 10 мин и оставляется на 24-48 час для отстаивания осадка.

После отстаивания осветленная часть воды аккуратно сливается с помощью резиновой трубки. Один конец трубки, срезанный под углом 45^0, опускается в бутыль на 2-3 см ниже поверхности воды. С другого конца трубки, который опускается в ведро или раковину, вода засасывается грушей, и таким образом декантируется осветленная часть пробы. В процессе декантации необходимо следить за тем, чтобы конец трубки в бутылке все время находился на 2-3 см ниже поверхности воды. Декантацию следует прекратить, когда над осадком слой осветленной воды составит 1-2 см. Если произойдет случайное взмучивание осадка, декантацию следует прекратить. Оставшаяся часть пробы отстаивается в течение 12-24 час, после чего продолжается декантация при соблюдении указанных условий.

Оставшийся после декантации осадок взмучивается и через воронку аккуратно переливается в чистую полиэтиленовую буты-

лочку емкостью I л. Стенки бутыли, в которой производилось осаждение, смываются небольшим количеством декантированного раствора, и этот смыв переливается в ту же бутыль, ч.. и основная часть осадка. Общий объем раствора с осадком после декантации и смывного раствора не должен превышать емкости полиэтиленовой бутылочки. Если остаток после 24-48 часового отстаивания будет больше I л его следует поместить в две полиэтиленовые бутылочки. Емкость, в которой проводилось осаждение карбонатов, моется один раз водопроводной водой, затем раствором азотной кислоты (0,5 л, концентрация I:5) и 3 раза ополаскивается водопроводной водой. Кислота сохраняется и используется для мытья 5 раз.

Для рек и водоемов с малой минерализацией воды. Как показали результаты анализов, в пробах воды с содержанием кальция 20 мг/л и меньше при обработке по вышеописанной методике осадок карбонатов не выпадает или выпадает в небольшом количестве. Поэтому радиоактивный стронций, находящийся в пробе, не концентрируется и полностью, или почти полностью, сбрасывается при декантации. Для таких проб применяется метод концентрирования радиоактивного стронция, находящегося в воде, путем сорбции на ионообменной смоле (катионит марки КУ-2-8ЧС и Н-форме ГОСТ 20-298-74).

Для проб воды объемом I5-20 л используется I0 г катионита в стеклянной колонке диаметром 20 мм и высотой I50-200 мм. Колонки со смолой поставляются спецлабораторией.

При этом методе производятся следующие операции:

I. колонка закрепляется вертикально на штативе или другим способом;

2. На нижний конец колонки, в которой помещена ионообменная смола, надевается резиновая трубка диаметром I0 мм, длиной 50-70 см и опускается в ведро или раковину. Резиновая трубка

зажимается винтовым зажимом, чтобы через нее не проходила вода;

3. с верхнего конца колонки снимается вата и колонка заполняется водой, взятой из пробы (для набухания смолы). Для набухания смола в колонке перемешивается стеклянной палочкой или проволочкой, чтобы не было воздушных пузырьков. Колонка с водой выдерживается в течение 1-1,5 часа, после чего вынутая вата снова помещается в нее;

4. колонка располагается на 1-1,5 м ниже канистры или бутыли;

5. двухметровая резиновая трубка диаметром 10 мм опускается в бутыль с пробой, резиновой грушей вода засасывается в трубку, и трубка надевается на верхний конец колонки;

6. зажим на нижней трубке ослабляется и начинается пропускание воды через ионообменную колонку.

Скорость пропускания воды через колонку регулируется винтовым зажимом и составляет не более 2 л в час.

После пропускания всей пробы колонка снимается и с верхнего конца закрывается кусочком ваты.

Бутылка с осадком карбонатов или ионообменная колонка с сопроводительной запиской направляется в спецлабораторию. В сопроводительной записке должно быть указано: водоем, место и дата отбора, объем обработанной пробы, сведения о гидрологическом или уравненом режиме водоема, отклонения от нормы, возникшие в ходе отбора пробы и ее первичной обработки.

Проба воды для определения содержания кальция (0,5 л) с сопроводительной запиской, в которой указаны водоем, место и дата отбора, отсылается в соответствующую территориальную гидрохимическую лабораторию, где анализируется. Результаты анализа отсылаются в спецлабораторию.

ПЕРВИЧНАЯ ОБРАБОТКА ПРОБ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РАДИОЦЕЗИЯ

Для первичной обработки используется оставшаяся отфильтрованная часть пробы (10 л). Обработка состоит в концентрировании радиоцезия и других радионуклидов на смеси ионообменных смол. Одна, из которых – катионит марки КУ-2-8ЧС и Н-форме ГОСТ 20-298-74, другая – тот же катионит, импрегнированный ферроцианидом кобальта (гранулы темного цвета). Мерным цилиндром отмеряется 70-75 мл влажного катионита КУ-2-8ЧС, затем добавляется 30-35 мл импрегнированного катионита, смолы перемешиваются и помещаются в ионообменную колонку диаметром 30-50 мм. Пробу пропускают через ионообменную колонку со скоростью не более 10 л/час. Объем воды, пропущенный через колонку, измеряют, после чего вода отбрасывается.

Смола из колонки извлекается, тщательно перемешивается и упаковывается в полиэтиленовый пакет, который затем запаивается. На пакете липкой лентой наклеивается бумажная этикетка, в которой указывается водоем, место и дата отбора, объем пробы, пропущенной через колонку. Смола вместе с фильтром направляется в лабораторию для гамма-спектрометрического анализа.

Подготовка смолы

1. Смола КУ-2-8ЧС заливается дистиллированной водой и выдерживается в течение суток для набухания, затем вода удаляется. Набухшая смола промывается соляной кислотой (концентрация 5 Моль/дм^3). Продолжительность промывки – 20 минут при непрерывном помешивании. Соотношение объемов смолы и кислоты 1:1. Затем кислота сливается и смола промывается дистиллированной водой до pH=6÷7. В процессе промывки удаляется самая мелкая фракция смолы (пыль). Промытая смола хранится в закрытой посуде

во влажном состоянии.

2. Для импрегнирования ферроцианидом кобальта берется 1,5 л ионообменной смолы, обработанной соляной кислотой и отмытой дистиллированной водой (см.п.1), и заливается 1 л раствора калия железистосинеродистого ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$) концентрация железосинеродистого калия - 0,5 моль/дм^3. Смола непрерывно перемешивается в этом растворе в течение 10–15 минут, раствор сливается и смола промывается 2 л дистиллированной воды 10 минут при перемешивании, затем вода сливается. Промывка водой повторяется 3 раза. Далее смола обрабатывается раствором азотнокислого кобальта $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ концентрация 1 моль/дм^3, объем раствора 1 л. Обработка ведется 10–15 минут при непрерывном помешивании. Затем следует троекратная промывка, которая завершает цикл импрегнирования.

Для надежности проводятся 2 цикла импрегнирования. В процессе последней промывки важно удалить любые крупинки ферроцианида кобальта, не связанные с гранулами ионита, поэтому промывка ведется до тех пор пока промывная вода не станет прозрачной. Приготовленные гранулы смолы (темного цвета) хранятся в закрытой посуде во влажном состоянии.

1. Методические рекомендации по определению радиоактивного загрязнения водных объектов, под ред.С.М.Вакуловского. Гидрометеоиздат, М., 1986, с.14–17.

gost.e-ecolog.ru