Министерство здравоохранения СССР

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
В.И. Чибураев
04. 01. 1991 год
№ 5779-91

Методические указания Цезий-137. Определение в пищевых продуктах

Настоящие методические указания предназначены для специалистов радиологических подразделений санэпидстанций и служб, осуществляющих контроль за содержанием радионуклидов в объектах окружающей среды, и позволяют определить содержание цезия-137 в пищевых продуктах.

Метод основан на концентрировании цезия-137 на осадке феррацианида никеля и последующем выделении его в виде сурьмянисто-йодидной или гексахлортеллуритной соли.

1. Нормы точности определения

В связи с тем, что нормы точности определения содержания радионуклидов в пищевых продуктах не установлены, в данной методике принимается, что основная относительная погрешность не должна превышать ±30% при доверительной вероятности P = 0,95. При этом учитывается, что нормы точности радиометрических измерений, устанавливаемых ГОСТ 8.033—84, даны в пределах от 10 до 50%.

Нижний предел обнаружения цезия-137 в пробе составляет 0,8 Бк/пр.

Верхний предел обнаружения зависит от применяемого счетного устройства и рассчитывается по формуле

$$A_{max} = \frac{N_{max}}{K},$$

где N_{max} - максимально возможная скорость счета (без фона);
K - чувствительность радиометра.

Определение чувствительности установки к цезию-137 проводилось относительным методом путем измерения образцовых препаратов цезия-137, полученных из образцовых радиоактивных растворов.

Один исполнитель может одновременно анализировать 6 проб.

gost.e-ecolog.ru

2. Подготовка проб для проведения радиохимического определения

Посуда, реактивы, вспомогательное оборудование:
весы лабораторные аналитические (ГОСТ 24104—88);
весы лабораторные технические (ВЛКТ-500);
шкаф сушильный термостатируемый (ГОСТ 3765—78);
печь муфельная с терморегулятором до 1000°С;
плитка электрическая (ГОСТ 14919—83);
лампа зеркальная 3 М-8, 220×500;
пипетки 1,2 $см^3$ (ГОСТ 20292—74);
стаканы термостойкие, вместимостью 2000 $см^3$ (ГОСТ 25336—82);
воронки диаметром 15 см (ГОСТ 25336—82);
чашки фарфоровые вместимостью 150-200 $см^3$ (ГОСТ 9147—80);
кислота азотная, концентрированная (ГОСТ 4461—77) чда;
перекись водорода, 30% (ГОСТ 10929—76) хч;
иттрий хлористый, 6-водный (ТУ 6-09—4477) чда;
стронций хлористый, 6-водный (ГОСТ 4140—74) чда;
цезий азотнокислый (ТУ 6-09-437—75) хч;
цезий хлористый (ТУ 6-09-4066—79) хч.

2.1. Подготовка проб растительных пищевых продуктов

Навеску пробы 0,5-5,0 кг сырого веса, вымытую, очищенную, нарезанную помещают в сушильный шкаф и высушивают при 100-120°С. Сухую пробу переносят в фарфоровые чашки и нагревают на электроплитке или под инфракрасной лампой до полного обугливания. Пересыпают в фарфоровые тигли или чашки меньшего размера и помещают в муфельную печь для озоления при 400-500°С.

2.2. Подготовка проб пищевых продуктов животного происхождения методом термического разложения

Мясо и мышцы рыбы отделяют от костей, нарезают мелкими кусками. Творог, сыр помещают в фарфоровые чашки. Навеску пробы 0,3-5,0 кг высушивают под инфракрасной лампой, обугливают на электроплитке, затем переносят в фарфоровые тигли небольшими порциями и озоляют при 400-500°С. Время озоления зависит от величины навески.

2.3. Подготовка проб пищевых продуктов животного происхождения методом кислотного озоления

Метод предназначен для переведения в раствор проб мяса, молочных продуктов (сгущенного и концентрированного молока, масла, творога, сыра) и т. д. с уровнем суммарной β-активности $1 \cdot 10^{-9}$ Ки/кг и выше. Рекомендуемый объем пробы не более 1,5 кг.

Метод основан на полной минерализации органических проб концентрированной азотной кислотой и перекисью водорода при нагревании.

В стакан емкостью 2000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ концентрированной

азотной кислоты, нагревают до кипения и порциями (10-20 г) постепенно при помешивании вносят растворимую пробу. Обычно эта операция занимает от 1 до 2 часов в зависимости от объема и характера пробы. Особое внимание нужно обратить на возможность обильного образования пены при сжигании жирных сортов мяса, масла, сгущенного молока с сахаром и соблюдать при растворении особую осторожность. После того, как вся масса продукта внесена в стакан, вносят растворы носителей иттрия и стронция (если в этой пробе будет определен стронций-90), цезия и, продолжая кипячение, порциями (5-10 $см^3$) добавляют перекись водорода до полного разложения пробы (прекращение выделения бурых паров и осветление раствора). По мере уменьшения объема кислоты, если проба еще полностью не разложилась, добавляют 200-500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты.

Обычно для разложения 1 кг пробы достаточно 0,5-1,0 $см^3$ азотной кислоты и 0,2-0,4 $см^3$ перекиси водорода. После полного разложения пробу охлаждают, застывший жир удаляют, промывают его в отдельной чашке или стакане 6Н азотной кислотой, промывной раствор присоединяют к основному. Раствор кипятят еще 10-20 мин до полного разложения перекиси водорода (прекращение выделения мелких пузырьков), доливают равным объемом дистиллированной воды. Из теплого раствора осаждают оксалаты щелочно-земельных металлов, для чего вносят 10-20 $см^3$ 8% щавелевой кислоты или насыщенный раствор щавелевокислого аммония и приливают 25% раствор аммиака до pH = 1,5. В осадке оксалата определяют стронций-90, в фильтрате цезий-137 и цезий-134.

3. Метод определения цезия-137

Метод основан на концентрировании цезия-137 на осадке ферроцианида никеля и последующем выделении его в виде сурьмянистойодидной или гексахлортеллуритной соли.

Реактивы:

стронций азотнокислый, водный раствор (ГОСТ 5429—74) чда;
цезий азотнокислый (ТУ 6-09-437-75) хч;
уцезий хлористый (ТУ 6-09-4066-79) хч;
иттрий азотнокислый (ТУ 6-09-4676-78) хч;
кислота азотная, уд. вес - 1,36 (ГОСТ 4461—77) чда;
кислота соляная, уд. вес - 1,19 (ГОСТ 3118—77) хч;
аммиак водный, 25% раствор (ГОСТ 3760—79) чда;
аммоний щавелевокислый (ГОСТ 5712—78) хч;
едкий натр (ГОСТ 4388—77) чда;
никель азотнокислый (ГОСТ 4055—78) хч;
натрий железистосинеродистый (калий железистосинеродистый),
теллур, двуокись, ТУ 6-09-1401-76, МРТУ 6-09-5232-68 (ГОСТ 4207—75);
ацетон (ГОСТ 2603—79) хч;
спирт этиловый, 96%, ректификат (ГОСТ 18300—87);
полистирол;

хлороформ или четыреххлористый углерод;
иодистый аммоний (ГОСТ 3764—75) хч;
треххлористая сурьма (ТУ 6-09-636-76) хч;
сернокислый (или пиросернистокислый) натрий (ГОСТ 429—76) хч;
кислота уксусная, ледяная (ГОСТ 61—75) хч;
кислота серная, концентрированная (ГОСТ 4204—77) чда.

Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда:
низкофоновая установка для радиометрии β-излучения;
весы лабораторные аналитические (ГОСТ 24104—88);
весы лабораторные технические (ВЛКТ-500);
шкаф сушильный термостатируемый (ГОСТ 3765—78);
печь муфельная с терморегулятором до 1000°С;
плитка электрическая (ГОСТ 14919—83);
лампа зеркальная ЗМ-8, 220×500 для сушки проб;
центрифуга, ТУ 5-375-4260-76;
эксикатор (ГОСТ 25336—82);
центрифужные пробирки на 10 $см^3$;
пипетки - 1,2 и 5 $см^3$ (ГОСТ 20292—74);
колбы мерные - 100, 500, 1000 $см^3$ (ГОСТ 1770—74);
стаканы термостойкие, вместимостью 50, 100, 200, 500 $см^3$ (ГОСТ 25336—82);
воронки диаметром 5, 10, 15 см (ГОСТ 25336—82);
чашки фарфоровые вместимостью 150-200 $см^3$ (ГОСТ 9147—80);
фильтры бумажные, синяя и красная лента диаметром 9 и 15 см;
стеклянные палочки тонкие - 15 см.

Ход анализа. Всю золу, полученную сжиганием 3-5 кг продуктов при 450°С, помещают в термостойкий стакан, вносят раствор если Cs - 50-100 мг, Sr - 50 мг, Y-50 и растворяют в 3н HNO_3.

В тех случаях, когда стронций-90 определяют по дочернему иттрию-90 экстракцией последнего МИМФК'ом, носитель иттрия не вносят.

Нерастворившуюся часть золы растительности промывают разбавленной азотной кислотой и переводят в раствор после вторичного озоления. Фильтрат и промывные воды объединяют и в случае необходимости определения Sr^{90} оксалатным методом добавляют аммиак до pH = 1,5. Из горячего раствора осаждают оксалаты щелочно-земельных элементов насыщенным раствором щавелевокислого аммония. Осадок оставляют на 1-1,5 часа, проверяют полноту осаждания (для растворов с низким содержанием Ca), отфильтровывают и промывают водой, содержащей оксалат-ионы. В осадке определяют стронций-90.

(В тех случаях, когда определение Sr^{90} производится из отдельной навески, осаждение оксалатов не производится). Фильтрат и промывные воды объединяют, добавляют 10% аммиак (1:1) до начала выпадения гидроокиси - pH = 3+4. Затем в раствор последовательно вносят 5 $см^3$ 10% азотнокислого никеля и 5 $см^3$ 10% ферроцианида натрия. Осадку дают отстояться и проводят повторно концентрирова-

ние, добавляя 5 $см^3$ азотнокислого никеля и 5 $см^3$ 10% ферроцианида натрия. Осадок ферроцианида никеля, содержащий цезий, отфильтровывают, промывают водой и прокаливают в муфеле при 400-500°С. Выделение цезия-137 производят двумя способами:

Прокаленный осадок переносят в стакан, заливают 30-40 $см^3$ 3н HCl и нагревают до кипения. Нерастворившиеся частицы отфильтровывают, промывают на фильтре 3н HCl. Объем раствора должен быть не более 50 $см^3$.

Фильтрат охлаждают и вносят 3 $см^3$ свежеприготовленного раствора NH_4J. Если раствор буреет, добавляют сухую соль сульфита или метабисульфита натрия до обесцвечивания. Затем приливают 0,8 $см^3$ трехххлористой сурьмы и раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой до образования красного осадка. Осадок выдерживают 1,5-2 часа на ледяной бане.

Иногда образуется осадок темного цвета или с белым налетом. В таких случаях проводят переосаждение. Для этого осадок растворяют в воде. Нерастворившуюся часть отфильтровывают, а в фильтрат добавляют концентрированную HCl до получения 3 н раствора, охлаждают и повторяют осаждение.

Отстоявшийся осадок отделяют центрифугированием, промывают 3-4 раза ледяной уксусной кислотой до осветления промывных вод, затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты (3-4 раза по 20 $см^3$) и сушат под инфракрасными лучами.

Высушенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют спиртом, взвешивают для контроля выхода носителя и определяют β-активность выделенного препарата цезия-137.

Радиохимическую чистоту выделенного препарата и его химический выход определяют в соответствии с "Методическими рекомендациями по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды" (Москва, 1980), утвержденными главным государственным санитарным врачом СССР П.Н. Бургасовым 03.12.79 г.

Величину химического выхода определяют как отношение количества носителя, измеренного после проведения анализа, к количеству его, добавленного в пробу.

Относительная погрешность определения химического выхода составит не более 2%.

Радиохимическую чистоту выделенного препарата проверяют с помощью анализа кривых ослабления бета-излучения в алюминии.

Образующиеся при разложении ферроцианидов карбонаты Cs, Ni, Fe, K обрабатывают 30-35 $см^3$ концентрированной HCl при нагревании и затем охлаждают на ледяной бане в течение 1,5-2 часов (лучше оставить фильтрат на ночь). Выпавший при этом хлорид калия и нерастворившийся осадок отделяют центрифугированием, или фильтрованием. Отбрасывают и из прозрачного раствора на холоде осаждают цезий - 2-3 $см^3$ 10% раствора окиси теллура в концентрированной HCl при интенсивном перемешивании. Осадку желтого цвета дают постоять, затем переносят его в центрифужную пробирку. Центрифугируют и

промывают осадок 2-3 раза концентрированной HCl, 3 раза ацетоном, один раз этиловым спиртом и с помощью последнего переносят на взвешенную алюминиевую подложку диаметром 4 см, покрытую пленкой из полистирола. Препарат высушивают, взвешивают и рассчитывают химический выход.

4. Приготовление реактивов

10% раствор двуокиси теллура. 10 г двуокиси теллура растворяют в концентрированной HCl при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки концентрированной соляной кислотой.

Раствор полистирола. 5 г стружек полистирола растворяют в 100 $см^3$ хлороформа или четыреххлористого углерода путем встряхивания в колбе, закрытой пробкой.

Стронций азотнокислый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по стронцию. 17,26 г соли растворяют в 1000 $см^3$ дистиллированной воды.

Иттрий азотнокислый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по иттрию. 215,4 г соли растворяют в 1000 $см^3$ дистиллированной воды.

Цезий азотнокислый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по цезию. 73,35 г соли растворяют в 1000 $см^3$ дистиллированной воды.

Цезий хлористый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по цезию. 63,35 г соли растворяют в 1000 $см^3$ дистиллированной воды.

Аммоний щавелевокислый, насыщенный раствор. 60 г соли растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды.

Едкий натр, 10%. 50 г едкого натра растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды.

Треххлористая сурьма, раствор. 6,9 г Sb_2O_3 или 4,4 г $SbCl_3$ растворяют в 100 $см^3$ 4 н HCl.

Иодистый аммоний, насыщенный раствор. 170 г соли растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

Кислота соляная, 3 н. Концентрированную кислоту разбавляют дистиллированной водой до плотности 1,05 г/$см^3$.

Натрий железистосинеродистый, 10% раствор. 50 г соли растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды.

Никель азотнокислый, 10% раствор. 50 г соли растворяют в 500 $см^3$ дистиллированной воды.

5. Подготовка и проведение измерений

Подготовка установки к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

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:

$$\overline{N} - 2{,}26\,S_{\overline{N}} < N_i < \overline{N} + 2{,}26\,S_{\overline{N}}, \qquad (1.1)$$

N - установленное ранее значение скорости счета собственного фона установки или контрольного источника при десяти измерениях;
2,26 - коэффициент из таблицы Стьюдента для 10 измерений (ГОСТ 8.207—74);
S_N - среднее квадратичное отклонение результата измерения фона или контрольного источника.

Если значение N_i выходит за пределы, определяемые формулой (1.1),по проводят дополнительные 10 измерений, выясняют причины отклонения от установленных средних значений и устраняют их.

После проверки фона и скорости счета от контрольного источника исследуемый образец помещают в измерительную камеру установки и оценивают за 1-2 минуты скорость счета.

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

$$t = \frac{u^2 \cdot 10^4 \, (\overline{N} + 2\overline{N}_\Phi)}{\overline{N}^2 \cdot \delta^2}, \qquad (1.2)$$

где u - коэффициент, равный 2 для вероятности P = 0,95;
$\overline{N}$ - предварительное значение средней скорости счета от пробы, 1/с;
δ - относительная статистическая погрешность измерения пробы.

Скорость счета от исследуемой пробы измеряется не менее двух раз.

6. Обработка результатов измерений

Величину активности измеряют на малофоновой установке с торцовым счетчиком СБТ-13.

Активность цезия-137 в 1 кг продукта рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{\overline{N} - \overline{N}_\Phi}{p_0 \cdot a \cdot \eta} \text{ Бк/кг}, \qquad (1.3)$$

где $\overline{N}$ - скорость счета образца с фоном, имп/с;
$\overline{N}_\Phi$ - скорость счета фона, имп/с;
p_0 - общий вес пробы, взятой на анализ, кг;
η - чувствительность установки, имп/Бк · с;
a - выход носителя цезия-137, в долях единицы.

7. Определение погрешности результатов измерений

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

$$\delta_{сп} = \frac{2 \cdot 100}{\overline{N}_п} \sqrt{\frac{\overline{N}_п + \overline{N}_\Phi}{t_п} + \frac{\overline{N}_\Phi}{t_\Phi}}, \qquad (1.4)$$

где $\overline{N}_п$ и $\overline{N}_\Phi$ - скорость счета соответственно от пробы и фона установки, имп/с;

$t_п$, $t_ф$ - продолжительность счета пробы и фона.

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

Значение относительной основной погрешности находят по формуле:

$$\delta_{о\,(P)} = \theta_{(P)} + \sqrt{\delta^2_{н\,(P,\,t)} + \delta^2_{сп\,(P)}}. \qquad (1.5)$$

Значение абсолютной погрешности определения активности находят по формуле:

$$\sigma_{о(P)} = \frac{\delta_{о(P)}}{100} A_п. \qquad (1.6)$$

Результат измерений записывают в виде:

$$A_{137_{Cs}} \pm \sigma_{о(P)} = A_{137_{Cs}} \pm \frac{\delta_{о(P)}}{100} A_{137_{Cs}}. \qquad (1.7)$$

8. Контроль точности измерений

Точность измерений обеспечивается: своевременной поверкой стандартных 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" (приложение 2) 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, соответствующим указанным в МВИ, ГОСТ'ах и ТУ.

Данные о контроле проверки средств измерений, аттестации нестандартизованных средств измерений, а также характеристики стандартных образцов и смесей для аттестации приводят в виде таблиц (таблицы 1-3 приведены в качестве примера).

Примеры таблиц

Таблица 1

Проверка средств измерений, используемых по МВИ

Средства измерений	Заводской или учетный номер	Периодичность проверки в течение года	Дата последней проверки или аттестации	Примечание
Весы аналитические тип ВЛА-200	181	1	24.05.88	
Весы лабораторные технические ВЛТК	23	1	17.05.88	

Таблица 2

Аттестация, проверка нестандартизованных средств измерений

Средства измерения	Учетный номер	Периодичность поверки (аттестации)	Дата последней поверки или аттестации	Примечание
Установка с малым фоном УМФ-6	12	1 год	19.05.89	

Таблица 3

Характеристика стандартных образцов, смеси для аттестации

Наименование образца смеси	Учетный номер по журналу метрологической службы лаборатории	Ссылка на НТД по приготовлению или методику приготовления смеси (где опубликовано)	Значение погрешности приготовления образца для вероятности P=0,95	Ссылка на свидетельство о метрологической аттестации и срок его действия

Контроль за работой УМФ осуществляют ежедневным измерением скорости счета собственного фона и от контрольного источника.

Измерения, обработку и анализ результатов проводят в соответствии с п.п. 5-7.

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

9. Требования к технике безопасности

В методике используют концентрированные растворы кислот, аммиака. Необходимо изучить их химические свойства, пройти инструктаж и в работе строго следовать соответствующим инструкциям по технике безопасности (Приказ Минздрава СССР от 20.06.68).

Литература: Л.Н. Захаров. Техника безопасности в химических лабораториях, Ленинград, "Химия", 1985.

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

10. Требования к квалификации оператора

К выполнению химических операций методики и измерений бета-активности на радиометрической установке допускаются специалисты с квалификацией лаборанта или техника-химика, прошедшие инструктаж по работе с радиоактивными веществами и сдавшие экзамен по технике безопасности.

11. Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности радионуклида цезия-137 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения (образца для аттестации)

Настоящая методика устанавливает порядок приготовления из образцового радиоактивного раствора образца активности радионуклида цезия-137 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений (чувствительность, основная погрешность) низкофоновых бета-радиометров типа УФМ для измерения цезия-137 в пищевых продуктах.

Посуда, реактивы:

посуда лабораторная (ГОСТ 25336—82);
цезий азотнокислый (ТУ 6-09-437—75) хч;
цезий хлористый (ТУ 6-09-4066—79) хч;
кислота соляная, уд. вес - 1,19 (ГОСТ 3118—77) чда;
теллур, двуокись (ТУ 6-09-1401—76) чда;
ацетон (ГОСТ 2603—79) чда;
спирт этиловый 96%, ректификат (ГОСТ 18300—87);
полистирол;
хлористый или четыреххлористый углерод;
аммоний иодистый (ГОСТ 3764—65) чда;
сернокислый (или пиросернистокислый) натрий (ГОСТ 429—76);
кислота уксусная, ледяная (ГОСТ 61—75) хч.

Приготовление образцового бета-излучателя

Исходя из удельной массовой активности, указанной в паспорте на ОРР, рассчитывают объем ОРР, который необходимо взять для получения данной активности образцового бета-излучения.

В термостойкий стеклянный стакан объемом 50 $см^3$ наливают 30 $см^3$ соляной кислоты. Вносят 1 $см^3$ носителя цезия, необходимое количество ОРР и 3 $см^3$ свежеприготовленного насыщенного раствора NH_4J.

Затем приливают 0,8 $см^3$ треххлористой сурьмы, раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой до образования красного осадка.

Осадок выдерживают 1,5-2 часа на ледяной бане. Отстоявшийся осадок отделяют центрифугированием, промывают 3-4 раза ледяной уксусной кислотой до осветления промывных вод, затем этиловым спиртом - до удаления запаха уксусной кислоты (3-4 раза по 20 $см^3$) и сушат под инфракрасной лампой.

Высушенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют спиртом, взвешивают для контроля, выхода носителя и определяют бета-активность.

В термостойкий стеклянный стакан объемом 50 $см^3$ наливают 30 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Вносят 1 $см^3$ носителя цезия, необходимое количество ОРР и охлаждают на ледяной бане в течение 1,5-2 часов. На холоде приливают 2-3 $см^3$ 10% раствора окиси теллура в концентрированной HCl при интенсивном перемешивании. Осадку желтого цвета дают постоять, затем переносят его в центрифужную пробирку. Центрифугируют и промывают осадок 2-3 раза концентрированной HCl, 3 раза ацетоном, один раз этиловым спиртом и с помощью последнего переносят на взвешенную алюминиевую подложку диаметром 4 см, покрытую пленкой из полистирола. Препарат высушивают, взвешивают для контроля выхода носителя и определяют бета-активность.

Расчет погрешности определения активности, образцового излучателя

Погрешность определения активности образцового бета-излучателя состоит из следующих составляющих:

погрешность удельной активности

$\theta_A = \pm 5\%$ при p = 0,95 (паспорт на ОРР);

погрешность определения объема

$\theta_o = \pm 1{,}5\%$, ТО и ТП;

погрешность внесения раствора (откалывание)

$\theta_{отк} = \pm 1{,}5\%$, ТО и ТП;

суммарная систематическая относительная погрешность определения активности составляет:

$$\theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\theta_A^2 + \theta_o^2 + \theta_{отк}^2} = 5{,}4\%.$$

Министерство здравоохранения СССР
ордена Ленина Институт биофизики

Свидетельство МА МВИ ИБФ 15/1-89 о метрологической аттестации методики выполнения измерений "Цезий-137. Определение в пищевых продуктах"

На основании результатов метрологической аттестации, проведенной в августе 1989 г. (распоряжение по отделам №№ 1 и 18 от 08.08.89), данная МВИ допускается к применению в Институте биофизики для выполнения научных исследований и рекомендуется для использования радиологическими подразделениями санэпидстанций и служб, осуществляющих контроль за содержанием радионуклидов в объектах окружающей среды.

Результаты метрологической аттестации, проведенной на установке УМФ-3

1. Значение показателя точности измерений.

1.1. Основная погрешность измерений на уровне минимально измеряемой активности не превышает 30% при доверительной вероятности 0,95 (при статистической погрешности измерения 23%).

1.2. Минимальная измеряемая активность составляет 0,8 Бк/пробу при основной погрешности 30%.

2. Значение нормативов точности.

2.1. Значение скорости счета фона измерительной установки и скорости счета контрольного источника не превышает значение двух средних квадратических отклонений.

2.2. Значение химического выхода составляет не менее 72±8%.

Заместитель директора **Л.А. Булдаков**

Главный метролог **Ю.С. Степанов**

gost.e-ecolog.ru