Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

2.6.1. ИОНИЗИРУЮЩЕЕ ИЗЛУЧЕНИЕ.
РАДИАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

Радиационный контроль питьевой воды методами радиохимического анализа

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0064—12

Издание официальное

Москва
2013

gost.e-ecolog.ru

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

2.6.1. ИОНИЗИРУЮЩЕЕ ИЗЛУЧЕНИЕ. РАДИАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

Радиационный контроль питьевой воды методами радиохимического анализа

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0064—12

ББК 51.26
Р15

Р15 **Радиационный** контроль питьевой воды методами радиохимического анализа: Методические рекомендации.— М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013.—74 с.

ISBN 978—5—7508—1170—0

1. Разработаны Федеральным бюджетным учреждением науки «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, И. П. Стамат, В. В. Ступина).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 9 июня 2012 г.

3. Введены в действие с момента утверждения.

4. Введены впервые.

ББК 51.26

© **Роспотребнадзор, 2013**
© **Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2013**

Содержание

1. Область применения ... 6
2. Нормативные ссылки ... 7
3. Термины и определения ... 7
4. Общие положения ... 8
5. Диапазон измерений и характеристики погрешности измерений ... 12
6. Принципы определения удельной суммарной альфа- и бета-активности и удельной активности радионуклидов в пробах воды 13
7. Средства измерений и вспомогательное оборудование ... 14
   7.1. Средства измерений ... 14
   7.2. Вспомогательное оборудование ... 16
8. Реактивы и материалы ... 17
9. Требования безопасности ... 19
10. Требования к квалификации ... 19
11. Приготовление счетных образцов для измерения удельной суммарной альфа- и бета-активности воды ... 19
12. Радиохимическое выделение радионуклидов и приготовление счетных образцов для определения их удельной активности в пробах воды ... 20
    12.1. Радиохимическое выделение ^{226}Ra, ^{224}Ra, ^{228}Ac(^{228}Ra) ... 21
    12.2. Радиохимическое выделение ^{210}Po и ^{210}Bi(^{210}Pb) ... 23
    12.3. Радиохимическое выделение изотопов урана ... 25
    12.4. Радиохимическое выделение изотопов тория ... 28
    12.5. Радиохимическое выделение ^{90}Y(^{90}Sr) и ^{137}Cs ... 29
    12.6. Приготовление счетных образцов для определения удельной активности ^{40}K ... 31
13. Рекомендации по измерению активности счетных образцов и определению удельной активности радионуклидов в пробах воды ... 31
    13.1. Подготовка к измерениям ... 31
    13.2. Определение удельной суммарной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов ... 33
    13.3. Определение удельной активности ^{228}Ac(^{228}Ra) ... 34

13.4. Определение удельной активности ^{226}Ra и ^{224}Ra 35
13.5. Определение удельной активности ^{210}Po, ^{210}Bi (^{210}Pb) 38
13.6. Определение удельной активности ^{238}U 40
13.7. Определение удельной суммарной активности изотопов тория (^{228}Th, ^{230}Th, ^{232}Th) 40
13.8. Определение удельной активности ^{90}Sr 40
13.9. Определение удельной активности ^{137}Cs 41
13.10. Определение удельной активности ^{40}K 42
13.11. Обработка результатов измерений 42
14. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 44
Приложение 1. Ряды радиоактивного распада 46
Приложение 2. Инструкция по отбору проб воды из разных источников 48
Приложение 3. Информация для внесения в акт отбора проб воды. 49
Приложение 4. Приготовление рабочих растворов и растворов носителей. Подготовка ионообменных смол к анализу, регенерация и хранение 50
Приложение 5. Приготовление калибровочных образцов и градуировка альфа-бета-радиометра 60
Приложение 6. Схемы радиохимического определения удельной активности радионуклидов в воде 67
Приложение 7. Перечень методик радиационного контроля питьевой воды 69
Приложение 8. Информация, которая должна быть отражена в протоколе испытаний 71
Список использованной литературы 74

Список сокращений, принятых в настоящих методических рекомендациях

НКДАР ООН – научный комитет по действию атомной радиации при организации объединенных наций
ВОЗ – всемирная организация здравоохранения
УВ – уровень вмешательства
св. – свыше
п. – пункт
УМФ – установка малофоновая
α-излучающие – альфа-излучающие
β-излучающие – бета-излучающие
отн. ед. – относительные единицы
ОСК – образец сравнения контрольный
хч – химически чистый
чда – чистый для анализа
ДПР – дочерние продукты распада
МВИ – методика выполнения измерений
НД – нормативный документ
КУ – контрольный уровень

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
9 июня 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

2.6.1. ИОНИЗИРУЮЩЕЕ ИЗЛУЧЕНИЕ.
РАДИАЦИОННАЯ БЕЗОПАСНОСТЬ

Радиационный контроль питьевой воды методами радиохимического анализа

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0064—12

1. Область применения

1.1. Настоящие методические рекомендации (далее — рекомендации) распространяются на порядок приготовления счетных образцов для определения удельной суммарной альфа- и бета-активности и удельной активности основных дозообразующих радионуклидов в питьевой воде и выполнение контроля качества питьевой воды по показателям радиационной безопасности.

1.2. Основной целью рекомендаций является обеспечение единых подходов при выполнении анализов удельной суммарной альфа- и бета-активности, а также радионуклидного состава и удельной активности основных природных (исключая ^{222}Rn) и техногенных радионуклидов в воде.

1.3. Настоящие рекомендации предназначены для органов и организаций Роспотребнадзора в субъектах Российской Федерации, осуществляющих контроль и санитарно-эпидемиологическую оценку питьевой воды по показателям радиационной безопасности, а также для аккредитованных в установленном порядке на право проведения соответствующих измерений лабораторий радиационного контроля и организаций, обеспечивающих централизованное водоснабжение населения при проведении производственного радиационного контроля.

2. Нормативные ссылки

2.1. Федеральный закон от 9.01.96 № 3-ФЗ «О радиационной безопасности населения».

2.2. Федеральный закон от 30.03.99 № 52-ФЗ «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения».

2.3. СанПиН 2.6.1.2523—09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)».

2.4. СП 2.6.1.2612—10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)».

2.5.СанПиН 2.6.1.2800—10 «Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения».

2.6. МУ 2.6.1.1981—05. «Радиационный контроль и гигиеническая оценка источников питьевого водоснабжения и питьевой воды по показателям радиационной безопасности. Оптимизация защитных мероприятий источников питьевого водоснабжения с повышенным содержанием радионуклидов».

2.7. МУ 2.6.1.2719—10 «Изменение 1 к МУ 2.6.1.1981—05 «Радиационный контроль и гигиеническая оценка источников питьевого водоснабжения и питьевой воды по показателям радиационной безопасности. Оптимизация защитных мероприятий источников питьевого водоснабжения с повышенным содержанием радионуклидов».

2.8. ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

2.9. СанПиН 2.1.4.1074—01 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества».

2.10. Письмо Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека от 21.08.2006 № 0100/9009-06-32 «О радиационном контроле за питьевой и минеральной водой».

2.11. МР 0100/13609-07-34 «Отбор и подготовка проб питьевой воды для определения показателей радиационной безопасности».

2.12. ГОСТ Р 8.594—2002 «Метрологическое обеспечение радиационного контроля».

3. 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:

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

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

Коэффициент связи – коэффициент, связывающий активность счетного образца со скоростью счета импульсов 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 воды – определенное количество воды, отобранное из контролируемого источника 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.

Суммарная активность – условная активность счетного образца, численно равная активности регламентированного образца сравнения при одинаковых показаниях радиометра.

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

4. Общие положения

Природные радионуклиды можно разделить на две большие группы – **первичные**, т. е. те, которые образовались одновременно со стабильным веществом Земли, и **космогенные**, которые образуются постоянно в результате ядерных реакций под действием космического излучения или поступают с внеземным веществом. Очевидно, к настоящему моменту в окружающей среде присутствуют

только те первичные радионуклиды, период полураспада которых соизмерим с возрастом Земли [1].

Три первичных радионуклида – ^{238}U, ^{235}U и ^{232}Th – являются родоначальниками естественных радиоактивных рядов (прилож. 1). С течением времени в естественных радиоактивных рядах установилось вековое равновесие – состояние, в котором активности (но не количества ядер) всех членов ряда равны между собой. Вековое равновесие между радионуклидами устанавливается в том случае, если период полураспада материнского радионуклида велик по сравнению с периодом полураспада дочернего. Для установления радиоактивного равновесия достаточен промежуток времени, равный 10 периодам полураспада дочернего радионуклида. Различные геохимические процессы могут приводить к фракционированию членов радиоактивных рядов, поэтому вековое равновесие сохраняется только в системе, замкнутой относительно материнского и дочерних радионуклидов.

По данным НКДАР ООН, вклад питьевой воды в суммарную дозу облучения населения не является преобладающим (за исключением отдельных регионов) и обусловлен, в основном, присутствующими в воде радионуклидами природных рядов урана и тория. Наибольший вклад в формирование дозы облучения за счет потребления питьевой воды вносят изотопы урана (^{238}U и ^{234}U), радия (^{226}Ra и ^{228}Ra), радон (^{222}Rn) и полоний-210 (^{210}Po), в меньшей степени – свинец-210 (^{210}Pb) и изотопы тория (^{228}Th, ^{230}Th, ^{232}Th) (МУ 2.6.1.1981—05).

Для обеспечения радиационной безопасности питьевого водоснабжения населения необходима информация об удельной активности радионуклидов присутствующих в питьевой воде. В соответствии с рекомендациями ВОЗ в действующих нормативных документах установлены жесткие требования к содержанию радионуклидов и порядку проведения радиационного контроля питьевой воды.

Проведение радиационного контроля воды является сложной задачей, поскольку сама вода является сложным объектом для анализа.

В силу чрезвычайной вариабельности радионуклидного состава и удельной активности природных радионуклидов, минерального состава и других характеристик природных вод необходимо использование, по возможности, прямых радиохимических методов определения содержания радионуклидов.

Следует подчеркнуть, что большинство известных радиохимических методик определения природных радионуклидов предусматривает их анализ из одной пробы воды, из которой отбираются отдельные аликвотные части от 0,5 до 2,0 кг для определения удель-

ной активности групп изотопов одного или двух элементов. Вместе с тем, информация, получаемая из одной пробы при последовательном выделении из нее радиоизотопов урана, радия, свинца и полония, более достоверна, особенно учитывая высокую степень вариабильности радионуклидного состава природных вод. Реализация этого подхода нуждается в серьезных радиохимических проработках по созданию схем последовательного разделения и идентификации различных нуклидов из одной пробы, что, помимо указанных выше преимуществ, позволяет сделать процесс более экономичным – сокращает время анализа, расход реактивов, энерго- и трудозатраты.

Настоящая методика обеспечивает определение суммарных радиологических показателей воды и удельной активности природных (^{226}Ra, ^{224}Ra, ^{228}Ra, ^{210}Po, ^{210}Pb, ^{210}Bi, ^{238}U, ^{234}U, ^{232}Th, ^{228}Th, ^{230}Th, ^{40}K) и техногенных радионуклидов (^{137}Cs, ^{90}Sr) из одной пробы воды, из которой отбираются аликвоты: 1 кг – для определения удельной суммарной альфа- и бета-активности, 10 кг – для определения удельной активности природных радионуклидов и не менее 4 кг – для определения удельной активности ^{137}Cs, ^{90}Sr и ^{40}K (4 кг на техногенно загрязненных территориях и 20 кг для определения удельной активности радионуклидов на уровне фоновых значений).

Радиационный контроль воды проводится в несколько этапов:

– отбор и доставка проб для анализа;

– предварительная оценка соответствия питьевой воды критериям радиационной безопасности (определение удельной суммарной альфа- и бета-активности);

– исследование радионуклидого состава воды (при превышении контрольного уровня);

– оценка качества воды по радиологическим показателям.

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

На первом этапе, при отборе проб воды (прилож. 2), должны использоваться емкости из полимерных материалов для исключения сорбции микроколичеств радионуклидов. Важно также, чтобы отобранная вода была подкислена (HCl) и своевременно подверглась процедуре пробоподготовки – срок хранения пробы перед определением суммарных показателей и удельных активностей природных радионуклидов не должен превышать 14 дней (при необходимости определения удельной активности ^{222}Rn срок хранения не должен превышать 2 дней). Нарушение указанных процедур может привести к неконтролируемым потерям радионуклидов, а значит к искажению результатов. В акте отбора проб (прилож. 3)

должна содержаться вся информация, необходимая для идентификации источника водоснабжения.

На втором этапе измеряется удельная суммарная альфа- и бета-активность воды для предварительной оценки соответствия питьевой воды критериям радиационной безопасности. Для питьевой воды подземных источников водоснабжения одновременно с измерением удельной альфа- и бета-активности требуется определять содержание ^{222}Rn. Время от отбора до доставки пробы воды в лабораторию с целью определения удельной активности ^{222}Rn должно быть не более двух суток.

При превышении контрольных уровней удельной суммарной α- и β- активности выполнение радионуклидного анализа воды обязательно, причем желательно с привлечением радиохимических методов, позволяющих дать точную количественную характеристику того или иного радионуклида в исследуемой пробе. Несмотря на сложность и трудоемкость радиохимических методов, необходимость привлечения специалистов высокой квалификации, преимущество использования радиохимических приемов для контроля и гигиенической оценки питьевой воды по показателям радиационной безопасности очевидно.

Радиохимический анализ позволяет с высокой степенью надежности выделять радиохимически чистые изотопы, избегать косвенные оценки содержания радионуклидов, обладает высокой чувствительностью, точностью и информативностью.

При оценке радиационной безопасности питьевого водоснабжения населения радиохимический анализ питьевой воды должен обеспечить определение основных дозообразующих природных радионуклидов с обязательным повторным определением удельной суммарной активности α- и β-излучающих радионуклидов из объема водной пробы, представленной для радиохимического анализа, для подтверждения соответствия суммарной альфа- и бета-активности и суммарной активности выделенных радионуклидов.

Радиохимическая подготовка, как правило, включает стадию концентрирования (при определении содержания природных радионуклидов в воде это выпаривание 10 кг до 1 кг), затем следует селективное выделение группы изотопов одного или нескольких элементов, отделение их от макрокомпонентов, радиохимическая очистка каждого радионуклида, приготовление счетного образца для измерения активности.

Проведение радионуклидного анализа воды с использованием 10 кг исходного материала позволяет обеспечивать минимально измеряемую удельную активность не более 0,2 от величины уровня вмешательства (УВ) для каждого радионуклида, что и требуется в

нормативных документах, в частности в МУ 2.6.1.1981—05 «Радиационный контроль и гигиеническая оценка источников питьевого водоснабжения и питьевой воды по показателям радиационной безопасности. Оптимизация защитных мероприятий источников питьевого водоснабжения с повышенным содержанием радионуклидов».

5. Диапазон измерений и характеристики погрешности измерений

Диапазон и относительная погрешность измерений радиологических показателей проб воды приведены в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон и относительная погрешность измерений радиологических показателей проб воды

Диапазон измерений, Бк/пробу	Относительная погрешность, % (P=0,95)			
	^{238}U, ^{234}U, ^{230}Th, ^{232}Th, ^{228}Th, ^{226}Ra	^{210}Pb, ^{228}Ra, ^{224}Ra	^{210}Po, $\Sigma\alpha$	^{40}K, ^{137}Cs, ^{90}Sr, $\Sigma\beta$
Св. 0,02 ÷ 0,05 включительно	50	50	50	50
Св. 0,05 ÷ 0,10 включительно	40	40	40	50
Св. 0,10 ÷ 0,50 включительно	30	30	30	40
Св. 0,50 ÷ 1,00 включительно	20	20	20	30
Св. 1,00 ÷ 5,00 включительно	20	20	20	20
Свыше 5,00	20	20	20	20

Примечания.

1. Приведенные в таблице 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 временах измерения активности счетного образца и собственного фона радиометра, отличных от 1 ч, погрешности измерения могут быть рассчитаны по формуле (25), приведенной в п. 13.11.3.

3. При использовании для приготовления счетного образца пробы массой более 1 кг границы диапазона измерений радиологических показателей проб воды в табл. 1, соответствующего данной относительной погрешности результатов измерений, необходимо поделить на величину, численно равную массе пробы воды в килограммах.

6. Принципы определения удельной суммарной альфа- и бета-активности и удельной активности радионуклидов в пробах воды

Из отобранной пробы воды выделяют аликвоты массой 1 кг для определения удельной суммарной альфа- и бета-активности, 10 кг – для определения удельной активности природных радионуклидов и не менее 4 кг для определения удельной активности ^{137}Cs, ^{90}Sr и ^{40}K.

Для определения удельной суммарной альфа- и бета-активности* из аликвоты пробы массой 1 кг путем упаривания до сухого остатка приготавливают счетный образец, активность которого определяют на альфа-бета радиометре, отградуированном в единицах активности.

Для определения удельной активности природных радионуклидов из аликвоты пробы массой 10 кг путем радиохимического анализа приготавливают счетные образцы, содержащие отдельные радионуклиды. Активность каждого радионуклида определяют с помощью альфа-бета радиометра и альфа-спектрометра, предварительно отградуированных в единицах активности.

Определение удельной активности ^{137}Cs и ^{90}Sr проводят не ранее, чем через 15 дней после отбора пробы воды, когда наступит радиоактивное равновесие между ^{90}Sr и его дочерним продуктом распада – ^{90}Y. Из аликвоты пробы массой не менее 4 кг ^{137}Cs выделяют сурьмяно-йодидным методом, активность ^{90}Sr определяют по активности его дочернего радионуклида ^{90}Y, который осаждают оксалатным методом. Активность приготовленных счетных образцов определяют на альфа-бета-радиометре УМФ-2000, который предварительно градуируют в единицах активности ^{137}Cs и ^{90}Y соответственно.

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

---

* В настоящем документе в качестве образца сравнения для измерения суммарной бета-активности используется хлорид калия с радионуклидом ^{40}K. В качестве образца сравнения для суммарной альфа-активности используется образец, изготовленный на основе ^{226}Ra.

носителя, в качестве которого используют соляно-кислые или азотно-кислые 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.

7. Средства измерений и вспомогательное оборудование

7.1. Средства измерений

7.1.1. Альфа-спектрометр с характеристиками не хуже следующих:

Время установления рабочего режима – не более 10 мин

Интегральная нелинейность в диапазоне энергий 4 ÷ 9 МэВ – не более 0,1 %

Энергетическая ширина канала – не более 5,0 кэВ

Эффективность регистрации излучения радионуклида ^{239}Pu не менее 0,25 $Бк^{-1} \cdot с^{-1}$ на расстоянии 5 мм от детектора

Временная нестабильность характеристики преобразования – не более 2 % за 8 ч измерений

Абсолютное энергетическое разрешение по энергии 5,16 МэВ – менее 50 кэВ; 5,49 МэВ – менее 50 кэВ; 5,81 МэВ – менее 50 кэВ

7.1.2. Альфа-бета-радиометр типа УМФ-2000 или другой с характеристиками не хуже следующих:

Скорость счета фона – не более 0,05 имп/мин по альфа-каналу и не более 2,3 имп/мин – по бета-каналу

Эффективность регистрации бета-излучения ^{137}Cs – не ниже 3,7 имп/(мин · Бк) и ^{90}Sr (^{90}Y) – не ниже 7,5 имп/(мин · Бк) соответственно*

Эффективность регистрации альфа-излучения электрохимических счетных образцов с диаметром активного пятна 26 мм – не ниже 16,2 имп/(мин · Бк)

Основная погрешность определения активности счетных образцов – не более 10 % при P = 0,95

7.1.3. Эталонные радионуклидные источники и растворы радионуклидов

Образцовые спектрометрические источники альфа-излучения 2-го разряда с радионуклидами ^{239}Pu, ^{242}Pu и ^{238}Pu активностью в диапазоне 10—100 Бк

Образцовый источник бета-излучения 2-го разряда с радионуклидом ^{90}Sr (^{90}Y) активностью в диапазоне 10—100 Бк

Эталонные растворы радионуклидов ^{226}Ra, ^{228}Ra, ^{232}U, ^{210}Pb, ^{137}Cs, (^{90}Sr+^{90}Y) объемной активностью от 10 до 50 Бк/см^3 с погрешностью измерений объемной активности не более 6 %

Контрольный образец сравнения ОСК-210 (^{210}Po + ^{210}Bi) активностью от 10 до 50 Бк с погрешностью измерений активности не более 6 %

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

Весы аналитические АДВ-200	ГОСТ 24104—80
Весы технические ВРЛ-1	ГОСТ 19491—74
Набор разновесов	ГОСТ 7328—82
Пипетки мерные 2-го класса на 1,5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74

* Установлена для счетных образцов толщиной не более 0,06 г/см^2

Колбы мерные 2-го класса на 100, 250 и 1 000 мл	ГОСТ 1770—78
Стаканы лабораторные на 50, 200, 250, 300, 800, 1 000 и 2 000 мл	ГОСТ 10394—72

7.2. Вспомогательное оборудование

Плитка электрическая	ГОСТ 14919—83
Дистиллятор, Д-4	ТУ 64-1-1640—78
Печь муфельная электрическая типа ПМ-8 с терморегулятором до 900 °С	
Колонки хроматографические стеклянные с внутренним диаметром 10 мм	
Форвакуумный насос (ВН-461, ВН-2М), обеспечивающий рабочее давление в вакуумной камере не более 1 333 Па (10 мм рт. ст.)	
Разборная установка для электролитического осаждения радионуклидов на подложки из нержавеющей стали диаметром 34 мм, включающая электролитическую ячейку с анодным и катодным электродами	
Регулируемый источник питания постоянного тока, обеспечивающий максимальный ток до 3 А и максимальное напряжение до 30 В	
Никелевые диски диаметром 34 мм и толщиной 0,6 мм, изготовленные из никелевой ленты марки НП-2 (0,6 × 250)	ГОСТ 2170—73
Наждачная бумага мелкозерновая	
Индикаторная бумага универсальная pH 1-10	ТУ МХПОРУ 76—56
Набор ареометров	
Стандартные сита	
Чашки и тигли фарфоровые на 25, 50 и 100 мл	ГОСТ Т 9147—80
Чашки кварцевые на 50 мл	ГОСТ 10973—64
Ступка фарфоровая	

Стекло часовое	
Палочки стеклянные диаметром 3 мм	
Шпатель	
Воронки стеклянные диаметром 5,0; 7,5; 10,0 и 15,0 см	ГОСТ 8613—75
Колба круглодонная К-1- 2000-29/32	ГОСТ 25336—82
Колба коническая Кн-2-1000-34	ТУ 92-891.029—91
Холодильник прямой ХПТ-1-600-14/23-14/23	ГОСТ 25336—82
Подложки из нержавеющей стали марок 1Х18Н9Т, 12Х18Н10Т, 08Х18Н10Т или аналогичных диаметром 34 мм, толщиной 0,7—1,0 мм	ГОСТ 4543 ГОСТ 5632
Алюминиевая фольга 81 г/см², толщина 3 мм марок А5, А6, А7, АДО, АД31	ГОСТ 15175—89
Тефлоновая кассета для электролитического осаждения	
Бумага фильтровальная	ГОСТ 12026—66
Инфракрасная лампа мощностью 250—500 Вт	
Перчатки резиновые	
Ветошь, вата	

7.3. Для выполнения измерений по настоящим рекомендациям могут применяться другие средства измерений и вспомогательное оборудование, характеристики которых не хуже перечисленных в п. 7.1.

7.4. Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о метрологической поверке.

8. Реактивы и материалы

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

Аммиак водный NH_4OH	ГОСТ 3760—79
Аммоний йодистый NH_4I	ГОСТ 3764—75
Аммоний углекислый $(NH_4)_2CO_3$	ГОСТ 3770—75
Аммоний хлористый NH_4Cl	ГОСТ 3773—72

Аммоний щавелево-кислый $(NH_4)_2C_2O_4$	ГОСТ 5712—78
Ацетон CH_3COCH_3	ГОСТ 2603—79
Барий хлористый $BaCl_2$	ГОСТ 41-08—72
Вода дистиллированная H_2O	ГОСТ 6709—72
Железо хлорное 6-водное $FeCl_3 \cdot 6H_2O$	ГОСТ 4147—74
Иттрий хлористый 6-водный $YCl_3 \cdot 6H_2O$	ТУ 6-09-4773—84
Калий серно-кислый K_2SO_4	ГОСТ 4145—74
Калий хлористый KCl	ГОСТ 3760—79
Кальций хлористый $CaCl_2$	ТУ 6-09-02-401—86
Карбонат натрия (сода) Na_2CO_3	ГОСТ 83—79
Кислота азотная концентрированная HNO_3	ГОСТ 44621—77
Кислота аскорбиновая	НД 42-10043—99
Кислота лимонная 1-водная	ГОСТ 3652—69
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
Перекись водорода 30 % H_2O_2	ГОСТ 10929—76
Спирт этиловый C_2H_5OH	ГОСТ 17299—78
Стронций хлористый 6-водный $SrCl_2 \cdot 6H_2O$	ГОСТ 4140—74
Сурьма треххлористая $SbCl_3$	ТУ 6-09-626—76
Трилон Б Na_4-EDTA	ТУ 2484-007-22657427—2000
Уранил азотно-кислый $UO_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	
Цезий азотно-кислый, $CsNO_3$	ТУ 6-09-437—83
Анионообменная смола ЭДЭ-10П, размер зерен 0,125—0,250 мм	ГОСТ 20301—4
Катионообменная смола К-2-8, размер зерен 0,125—0,250 мм	ГОСТ 1305

Примечание. Все используемые для выполнения анализа по настоящим рекомендациям реактивы и материалы должны быть марок хч или чда. Процедура приготовления рабочих растворов и растворов носителей приведена в прилож. 4. Процедура приготовления калибровочных образцов и градуировки альфа-бета-радиометра приведена в прилож. 5.

9. Требования безопасности

Работы по настоящим рекомендациям должны проводиться с соблюдением требований:

- СанПиН 2.6.1.2523—09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)»;
- СП 2.6.1.2612—10 «Основные санитарные правила 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.

10. Требования к квалификации

К выполнению работ по настоящим рекомендациям 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 и/или альфа-спектрометра.

11. Приготовление счетных образцов для измерения удельной суммарной альфа- и бета-активности воды

При определении удельной суммарной альфа- и бета-активности необходимо соблюдать, по крайней мере, два условия.

Во-первых, при прокаливании остатка, полученного в результате упаривания воды и ее сульфатации (для обеспечения идентичности матриц стандарта и пробы), температура не должна превышать 300—400 °С.

Во-вторых, следует соблюдать временной интервал измерения полученного счетного образца после его приготовления. При нали-

чии в пробе воды ^{226}Ra при прокаливании из препарата удаляется ^{222}Rn, через 3—4 ч распадаются его дочерние продукты распада (ДПР) и именно по прошествии этого времени следует выполнять измерение суммарной активности α- и β-излучающих радионуклидов, поскольку в дальнейшем становится заметным накопление ^{222}Rn и его ДПР из ^{226}Ra, содержащегося в сухом остатке, что выражается в существенном увеличении скорости счета, особенно по α-излучению, и результаты могут быть завышены в полтора—два раза. Если необходимо провести измерение образца еще раз следует повторить процедуру прокаливания и измерения проводить, соблюдая регламентированный временной интервал. При наличии в воде других изотопов радия схемы изменения активности во времени усложняются и для одной и той же пробы, в зависимости от времени отбора, приготовления образца и его измерения, могут быть получены различающиеся данные.

Для приготовления счетных образцов для измерения удельной суммарной альфа- и бета-активности воды выпаривают 1 кг воды до объема 20 мл, переносят в фарфоровую чашку, стакан обмывают 10 мл 10 %-й H_2SO_4, 10 мл дистиллированной воды и также переливают в чашку. Содержимое чашки выпаривают на электрической плитке до удаления паров H_2SO_4 и образования сухого остатка, который затем прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре 300—400 °С. После охлаждения осадок растирают до состояния «пудры», взвешивают, аликвотную часть наносят на подложку, фиксируют этиловым спиртом и высушивают под инфракрасной лампой.

Удельную суммарную альфа- и бета-активность приготовленного счетного образца измеряют на альфа-бета-радиометре типа УМФ-2000 не ранее 3 и не позднее 10 ч после последнего прокаливания (для исключения влияния ^{222}Rn и ДПР) в соответствии с п. 13.2. На следующий день процедуру прокаливания осадка и измерения удельной суммарной альфа- и бета-активности повторяют для контроля.

12. Радиохимическое выделение радионуклидов и приготовление счетных образцов для определения их удельной активности в пробах воды

Методика предусматривает осаждение изотопов радия из раствора пробы вместе с носителем (хлористый барий) серной кислотой в форме $BaSO_4$, который является счетным образцом для измерения активности ^{226}Ra и ^{224}Ra.

^{228}Ra определяют по дочернему ^{228}Ac, который осаждают совместно с носителем (хлористый лантан) в виде $La(OH)_3$. После последующего прокаливания полученный $La_2O_3(^{228}Ac)$ служит счетным образцом для измерения активности ^{228}Ac(^{228}Ra).

Радиоактивные изотопы полония, висмута (свинца), урана и тория соосаждают с гидроокисью железа с последующим их селективным выделением и определением:

– ^{210}Po и ^{210}Bi электролитически на никелевом диске, который является счетным образцом;

– ^{238}U (при отсутствии в лаборатории альфа-спектрометра) по дочернему ^{234}Th, выделенному на носителе (хлористый иттрий) в виде оксалата, при прокаливании которого получают счетный образец $Y_2O_3(^{234}Th)$ для измерения активности определяемого радионуклида;

– ^{238}U, ^{234}U, ^{228}Th, ^{230}Th, ^{232}Th с применением альфа-спектрометра. В этом случае для определения химического выхода урана и тория в качестве изотопных индикаторов используют стандартные растворы ^{232}U и ^{234}Th.

Счетным образцом для определения удельной активности ^{137}Cs является $Cs_3Sb_2I_9$.

^{90}Sr определяют по дочернему ^{90}Y, для этого используют счетный образец Y_2O_3, полученный осаждением ^{90}Y с носителем (хлористый иттрий) в виде оксалата и последующим прокаливанием.

Удельную активность ^{40}K определяют радиометрически на основе измерений слоя половинного уменьшения его бета-излучения.

Схема радиохимического определения активности указанных радионуклидов в пробах воды представлена в прилож. 6.

12.1. Радиохимическое выделение ^{226}Ra, ^{224}Ra, ^{228}Ac(^{228}Ra)

12.1.1. Радий – радиоактивный элемент II группы периодической системы элементов. По химическим свойствам он весьма сходен с барием. Единственное валентное состояние равно 2^+.

Слаборастворимые соли радия – сульфат и карбонат. Свойства солей радия, в основном, аналогичны свойствам солей бария, однако растворимость последних, как правило, несколько выше.

Три изотопа радия являются членами природных радиоактивных семейств: ^{226}Ra ($T_{1/2}$ =1600 лет, α-излучатель) образуется при α-распаде ^{230}Th; ^{224}Ra ($T_{1/2}$ =3,64 сут) – продукт α-распада ^{228}Th; ^{228}Ra ($T_{1/2}$ = 5,77 лет) образуется при α-распаде ^{232}Th.

Определение изотопов радия основано на выделении суммы изотопов радия – ^{226}Ra, ^{228}Ra, ^{224}Ra в виде сульфата радия-бария и непосредственном измерении α-активности ^{226}Ra и ^{224}Ra в динамике.

Определение ^{228}Ra основано на осаждении дочернего ^{228}Ac ($T_{1/2}$ = 6,13 ч) с носителем лантаном и измерении β-активности выделенного препарата на альфа-бета-радиометре (или бета-радиометре).

12.1.2. Соляно-кислый концентрат пробы воды (около 1 л), полученный после выпаривания 1 кг воды, в которую добавлена HCl до pH = 1, и содержащий в качестве носителя хлорид бария $BaCl_2$ (90—100 мг в расчете на $BaSO_4$) и хлорид железа $FeCl_3$ (20 мг в расчете на Fe_2O_3), нагревают до кипения на электрической плитке в стакане емкостью 2 л, добавляют при непрерывном перемешивании 30 мл 10 %-й H_2SO_4, кипятят 10—15 мин, после чего осадку дают отстояться в течение 3—4 ч (лучше оставить на ночь).

Прозрачный раствор над осадком сливают в стакан объемом 800 мл, осадок отфильтровывают в колбу объемом 500 мл, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см (масса золы одного фильтра – 0,0004 г), несколько раз промывают дистиллированной водой (фильтрат 1). Время фильтрования записывают – это время отделения ^{224}Ra от ^{228}Th. Промытый осадок сульфата бария $BaSO_4$ (осадок 1) переносят в стакан объемом 150 мл с помощью 70—100 мл дистиллированной воды, добавляют 5—7 г Na_2CO_3 и кипятят при периодическом перемешивании 2 ч, подливая время от времени дистиллированную воду, чтобы объем составлял около 100 мл. Осадок карбонатов $Ba(Ra)CO_3$ отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 (11,0) см (осадок 2), промывают 5 %-м раствором Na_2CO_3 до отрицательной реакции на сульфат-ион, а затем один раз дистиллированной водой. Полученный фильтрат (фильтрат 2) подкисляют HCl до pH = 2, кипятят до удаления CO_2 и объединяют с фильтратом 1.

Осадок $Ba(Ra)CO_3$ (осадок 2) растворяют в 2 н HCl, кипятят до полного удаления углекислоты. В пробу вносят раствор хлорного железа (~10 мг на Fe_2O_3) и осаждают безугольным аммиаком $Fe(OH)_3$ для дополнительной очистки радия от изотопов полония, висмута, свинца, тория и урана. Осадок (осадок 3) отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 12,5 (11,0) см (записывают время фильтрования), промывают горячей водой, растворяют в 2 н HCl и объединяют с фильтратом 1.

Фильтрат, полученный после отделения $Fe(OH)_3$ и содержащий радиохимически чистые изотопы ^{224}Ra, ^{226}Ra, ^{228}Ra, подкисляют HCl до pH = 2, вносят раствор носителя лантана (60 мг на La_2O_3) и оставляют на 36—40 ч для накопления ^{228}Ac, затем раствор нагревают до температуры 70 °С и аммиаком (без углекислоты) осаждают гидроокись лантана (актиния). Осадок отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см (время окончания фильтрования, т. е. время отделения ^{228}Ac от ^{228}Ra, запи-

сывают), промывают горячей дистиллированной водой с добавлением безугольного аммиака, высушивают, прокаливают при температуре 800 °С, растирают в тигле стеклянной палочкой до состояния «пудры», переносят на подложку, фиксируют несколькими каплями этилового спирта, равномерно распределяют, высушивают под инфракрасной лампой и взвешивают для определения химического выхода.

Измерение активности ^{228}Ac в приготовленном счетном образце и определение его удельной активности в пробе воды выполняют в соответствии с п. 13.3.

Фильтрат 3 (после отделения ^{228}Ac на осадке гидроокиси лантана) подкисляют HCl до pH = 1, нагревают до кипения и осаждают сульфат бария (радия) 10 %-м раствором H_2SO_4. После отстаивания осадок отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см, промывают дистиллированной водой, высушивают и прокаливают при температуре 800 °С в течение 1 ч. Записывают время окончания прокаливания. Осадок растирают, равномерно наносят на подложку и взвешивают на аналитических весах.

Измерение активности ^{224}Ra и ^{226}Ra в приготовленном счетном образце и определение их удельной активности в пробе воды выполняют в соответствии с п. 13.4.

12.2. Радиохимическое выделение ^{210}Po и ^{210}Bi (^{210}Pb)

Метод определения полония основан на электрохимическом осаждении радионуклида на никелевом диске из соляно-кислых растворов. Этот метод называется электролитическим замещением или бестоковым электролизом.

Определение ^{210}Pb производят по дочернему ^{210}Bi, который так же, как и ^{210}Po, электрохимически осаждается на никелевом диске.

При определении полония следует принимать меры для предотвращения его сорбции на стекле; растворы должны быть 0,7 н по соляной кислоте и не ниже 0,5—1 % по лимонной кислоте.

Во всех случаях при осаждении полония на никелевый диск следует применять только соляную кислоту, а не азотную, т. к. последняя растворяет (особенно сильно при нагревании) никель.

Осаждению полония на никелевый диск мешает ион трехвалентного железа, если количество его в анализируемом растворе превышает 10 мг. Для устранения влияния железа добавляют аскорбиновую кислоту, восстанавливающую трехвалентное железо в двухвалентное, которое не мешает электрохимическому осаждению полония. Объем раствора не должен превышать 100 мл.

Методика выделения ^{210}Po сводится к следующему: объединенные после осаждения сульфатов фильтраты (фильтрат 1, фильтрат 2

и раствор осадка 3) упаривают до 600—800 мл и аммиаком, не содержащим CO_2, при pH = 9 осаждают гидрат окиси железа, с которым соосаждаются изотопы урана, тория, полония, свинца, висмута и др. Осадок после отстаивания отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 12,5 (11,0) см, промывают горячей дистиллированной водой, растворяют в 70 мл 1 н HCl, добавляют 500—700 мг лимонной кислоты и аскорбиновую кислоту до обесцвечивания раствора. Раствор доводят дистиллированной водой до 100 мл. В раствор помещают диск из никелевой фольги (рекомендуется применять диски диаметром 34 мм и толщиной 0,6 мм), закрепленный в тефлоновой кассете, которая обеспечивает выделение ^{210}Po на одной стороне диска. Нагревают содержимое стакана на кипящей водяной бане в течение 6 ч, периодически перемешивая. Объем жидкости должен быть равным 100 мл в течение всего времени выделения, поэтому необходимо добавлять к пробе дистиллированную воду по мере ее испарения. Осаждение полония сильно зависит от условий проведения процесса, поэтому все требования должны строго соблюдаться.

Через 6 ч вынимают диск из тефлоновой кассеты, промывают дистиллированной водой, этиловым спиртом и высушивают на воздухе. Записывают время – это время отделения ^{210}Bi от ^{210}Pb. Раствор, оставшийся после электрохимического осаждения изотопов полония и висмута, содержащий изотопы урана и тория (раствор 4), оставляют для дальнейшего определения этих радионуклидов.

Измерение активности ^{210}Po и ^{210}Bi в приготовленном счетном образце и определение их удельной активности в пробе воды выполняют в соответствии с п. 13.5.

После измерения активности диски дезактивируют, для чего их необходимо прокипятить в течение 1 ч с 0,5 н HNO_3, промыть проточной водой, обработать мелкой наждачной бумагой, промыть дистиллированной водой и этиловым спиртом или ацетоном. Такая обработка обеспечивает необходимую дезактивацию дисков.

Примечание. Для дополнительного контроля полноты выделения ^{210}Po и ^{210}Bi в отдельных пробах периодически выборочно в раствор, полученный после первого выделения ^{210}Po и ^{210}Bi, помещают тефлоновую кассету с новым диском и содержимое выдерживают на кипящей водяной бане в течение 1 ч при помешивании. Затем вынимают диск, промывают водой, спиртом, высушивают на воздухе и выполняют измерение альфа- и бета-активности счетного образца.

В том случае, если активность радионуклидов на втором диске не превышает 5 % от активности на первом диске, за результат измерений принимают активность ^{210}Po и ^{210}Bi на первом диске, вычисленную по формулам:

$$A_{Po-210} = \frac{A^1_{Po-210}}{0{,}9}$$, где (2)

0,9 — химический выход ^{210}Po, отн. ед.

$$A_{Bi-210} = \frac{A^1_{Bi-210}}{0{,}85}$$, где (3)

0,85 — химический выход ^{210}Bi, отн. ед.

В противном случае проводят выделение ^{210}Po и ^{210}Bi на третьем диске с последующим измерением активности радионуклидов.

Активность радионуклидов в счетном образце вычисляют по формуле:

$$A_{Po-210} = A^1_{Po-210} + A^2_{Po-210} + A^3_{Po-210} \quad (4)$$

$$A_{Bi-210} = A^1_{Bi-210} + A^2_{Bi-210} + A^3_{Bi-210} \quad (5)$$

12.3. Радиохимическое выделение изотопов урана

Природный уран состоит из трех изотопов, однако в значимых количествах в природных водах и других объектах окружающей среды доминируют, как правило, ^{238}U и ^{234}U.

В применяемой в данных рекомендациях схеме анализа предусмотрено два варианта выделения, очистки и измерения активности изотопов урана.

12.3.1. По первому варианту с использованием радиометра типа УМФ-2000 определяют ^{238}U. Определение ^{238}U производят по дочернему ^{234}Th. Выделение ^{234}Th основано на соосаждении его с оксалатом иттрия. Для этого в раствор, оставшийся после электрохимического осаждения на никелевом диске ^{210}Po и ^{210}Bi (раствор 4), вносят хлористый иттрий (около 60 мг в расчете на Y_2O_3). Для разрушения лимонной и аскорбиновой кислот раствор упаривают в стакане, закрытом часовым стеклом, до влажных солей, добавляя по 10—15 мл смеси концентрированных соляной и азотной кислот в объемном соотношении 1 : 1. Операцию повторяют 3—5 раз.

Влажные соли обрабатывают несколько раз концентрированной HCl для удаления HNO_3. Остаток растворяют в 100 мл 1 н HCl, нагревают до кипения. Нерастворимый осадок отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «белая лента» диаметром 12,5 см и отбрасывают. К фильтрату добавляют 10 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты и аммиаком доводят pH до 1,5. Раствор с осадком оксалата иттрия (тория) охлаждают, оставляют на 1—2 ч, затем осадок отфильтровывают через обеззоленный фильтр «синяя лента» диаметром 12,5 см, промывают дистиллированной водой и отбрасывают. Записывают время фильтрования (это время отделения ^{234}Th от ^{238}U). К оставшемуся фильтрату добавляют смесь HCl (30 мл) и HNO_3 (30 мл) и упаривают до влажных солей. Операцию повторяют 2—3 раза до полного разложения щавелевой кислоты. Влажные соли обрабатывают несколько раз концентрированной HCl для удаления HNO_3. Остаток растворяют в 30 мл 2 н HCl, разбавляют дистиллированной водой до 80 мл, нагревают, приливают 10 мл 10 %-го раствора $(NH_4)_2CO_3$, устанавливают pH = 8—9 с помощью раствора NH_4OH, отфильтровывают выпавший осадок через фильтр «белая лента», промывают 2 % раствора углекислого аммония. Осадок отбрасывают. К фильтрату, содержащему растворимый карбонатный комплекс $UO_2(CO_3)_3^{-4}$ осторожно приливают смесь HNO_3 и HCl (1 : 1), закрывают часовым стеклом и кипятят до разрушения аммонийных солей (операцию необходимо повторить 2—4 раза). Удаление HNO_3 проводят обработкой влажных солей концентрированной HCl. Влажные соли растворяют в 30—50 мл 2 н HCl, разбавляют дистиллированной водой до 100 мл и оставляют на накопление ^{234}Th (время накопления ^{234}Th с учетом его периода полураспада не должно быть менее 24 дней). После накопления ^{234}Th в фильтрат повторно вносят хлористый иттрий, раствор кипятят 20—30 мин, после чего проводят вторичное осаждение оксалата иттрия (тория) указанным выше способом. Выделенный осадок оксалата прокаливают при температуре 800—900 °С. Окись иттрия растирают до состояния пудры, взвешивают и наносят на подложку для измерения бета-активности препарата.

Измерение активности ^{234}Th в приготовленном счетном образце и определение удельной активности ^{238}U в пробе воды выполняют в соответствии с п. 13.6.

12.3.2. По второму варианту определяют ^{238}U и ^{234}U. Метод основан на хроматографическом разделении изотопов урана и тория анионитом ЭДЭ-10П (или другим полифункциональным низкоосновным анионитом конденсационного типа) с последующим альфа-спектрометрическим определением активности радионуклидов [2].

В данном случае для определения химического выхода урана и тория на начальном этапе анализа в пробу вводят изотопные индикаторы, в качестве которых используют ^{232}U и ^{234}Th. Активность вносимого ^{232}U не должна превышать ожидаемые в пробе воды активности ^{238}U и ^{234}U более чем в 5—10 раз. Как правило, в пробу вносят 0,2—0,3 Бк ^{232}U. Количество вносимого ^{234}Th не должно быть менее 50 Бк/пробу. Для приготовления контрольного раствора изотопного индикатора ^{234}Th используют методику, приведенную в МВИ «Методика выполнения измерений объемной активности изотопов тория (232, 230, 228) в природных водах альфа-спектрометрическим методом с радиохимической подготовкой» (прилож. 7, п. 7).

Раствор, оставшийся после выделения из него ^{210}Po и ^{210}Bi (раствор 4), упаривают до 20—30 мл, добавляют 10 мл смеси концентрированных HCl и HNO_3 (объемное соотношение 1 : 1), закрывают часовым стеклом и кипятят до образования влажных солей. Операцию повторяют несколько раз до полного разложения органических веществ (в основном лимонной и аскорбиновой кислот). Влажные соли обрабатывают концентрированной HCl до удаления HNO_3, растворяют в 50 мл 8 н HCl и пропускают раствор через колонку диаметром 10 мм с 15 мл анионообменной смолы ЭДЭ-10П со скоростью 1 мл/мин. Затем через колонку пропускают 70 мл 8 н HCl. Объединенный элюат (раствор 5), содержащий изотопы тория, оставляют для дальнейшего определения этих радионуклидов.

Изотопы урана элюируют с колонки 0,5 н HCl. Объем элюата должен составлять 100—150 мл, что обеспечивает полноту десорбции урана. Полученный раствор упаривают до 10—20 мл, приливают 10 мл 10 %-го раствора углекислого аммония, устанавливают pH = 8—9 с помощью раствора аммиака, нагревают до коагуляции осадка, затем отфильтровывают осадок через фильтр «белая лента», промывают 5 мл 2 %-го раствора углекислого аммония. Далее проводят переосаждение осадка $Fe(OH)_3$ для более полного отделения изотопов урана от мешающих элементов. Для этой цели отфильтрованный и промытый осадок $Fe(OH)_3$ растворяют в 20 мл 0,5 н HCl и повторяют процесс осаждения $Fe(OH)_3$ в присутствии раствора карбоната аммония. К объединенным фильтратам, содержащим растворимый карбонатный комплекс $UO_2(CO_3)_3^{-4}$ осторожно приливают смесь HNO_3 и HCl (1 : 1), закрывают часовым стеклом и кипятят до разрушения аммонийных солей (операцию необходимо повторить 2—4 раза). Удаление HNO_3 проводят обработкой влажных солей концентрированной HCl. К полученному сухому остатку добавляют 10 см³ 0,5 н HNO_3 и нагревают. К полученному раствору прибавляют 5 см³ 1 %-го раствора трилона Б, 1 см³ насыщенного

$(NH_4)_2C_2O_4$ и 1 см³ 25 %-го NH_4Cl. Доводят аммиаком pH до 9, переносят в электролитическую ячейку, стакан обмывают 5 см³ дистиллированной воды. Промывные воды также переносят в электролитическую ячейку.

Электролиз проводят при силе тока 2 А в течение 0,5 ч. В ходе электролиза контролируют pH раствора, поддерживая его на уровне 9. За минуту до окончания электролиза в раствор добавляют 1 мл раствора аммиака. Разбирают ячейку, вынимают мишень (диск из нержавеющей стали), промывают этиловым спиртом и прокаливают на спиртовке до слегка желтого цвета. Полученный препарат является счетным образцом для измерения активности изотопов урана на альфа-спектрометре.

Примечание. Для дезактивации использованные диски кипятят в течение 1 ч в 0,5 н HNO_3, промывают проточной водой, очищают содой и обрабатывают тонкой наждачной бумагой, промывают дистиллированной водой, затем этиловым спиртом или ацетоном. Скорость счета от диска, измеренная на соответствующей аппаратуре, не должна превышать фоновые значения, в противном случае очистку повторяют.

12.4. Радиохимическое выделение изотопов тория

По настоящим рекомендациям определяют три альфа-излучающих изотопа тория: ^{232}Th, член его радиоактивного семейства — ^{228}Th, а также ^{230}Th, который является членом природного семейства ^{238}U. Для определения удельной активности изотопов тория соляно-кислый раствор, полученный после отделения изотопов урана (раствор 5), разбавляют дистиллированной водой до кислотности 3 н по HCl. Приготовленный соляно-кислый раствор пропускают через колонку, заполненную катионитом КУ-2-8 со скоростью 1 мл/мин. При этом на смоле сорбируются изотопы тория, одновременно происходит отделение основных макрокомпонентов. Для очистки от ионов железа и некоторых других катионов смолу промывают 100 мл³ н HCl с той же скоростью. Десорбцию изотопов тория проводят с помощью раствора оксалата или карбоната аммония, который образует с торием отрицательно заряженный карбонатный комплекс. Для этого через смолу пропускают 100 мл 10 %-го раствора оксалата или карбоната аммония. Первую порцию приливают очень осторожно, так как происходит бурное разложение карбоната в соляной кислоте, оставшейся на смоле. Можно предварительно вытеснить фронт кислоты из верхней части колонки небольшой (5—8 мл) порцией воды.

Элюат, содержащий изотопы тория, выпаривают до влажных солей, приливают 10—15 мл смеси концентрированной соляной и азотной кислот (1 : 1), закрывают часовым стеклом и продолжают выпаривание. Обработку кислотами повторяют до полного разру-

шения карбоната аммония. Азотную кислоту удаляют выпариванием влажных солей с концентрированной соляной кислотой (несколько раз). Полученный сухой остаток растворяют при нагревании в 10 см³ 1%-го раствора трилона Б, приливают по 1 см³ 25 %-го раствора NH_4Cl и насыщенного раствора $(NH_4)_2CO_3$, устанавливают pH 3—4 добавлением по каплям 7 н HNO_3. Раствор переносят в электролитическую ячейку, стакан обмывают 8 см³ дистиллированной воды. Промывные воды также переносят в электролитическую ячейку.

Электролиз проводят при силе тока 2 А в течение 0,5 ч. В ходе электролиза контролируют pH раствора, поддерживая его на уровне 3—4, добавлением по каплям аммиака или 7 н HNO_3. За минуту до окончания электролиза в раствор добавляют 1 мл раствора аммиака. Разбирают ячейку, вынимают мишень (диск из нержавеющей стали), промывают этиловым спиртом и прокаливают на спиртовке до слегка желтого цвета. Полученный препарат является счетным образцом для измерения активности изотопов тория на альфа-спектрометре.

Примечание. При отсутствии альфа-спектрометра можно провести измерение суммарной активности изотопов тория в приготовленном счетном образце радиометрически, в соответствии с п. 13.7. В этом случае раствор изотопного индикатора ^{234}Th в пробу не вносят. Химический выход тория считают равным 0,75 (эта величина была определена экспериментально при разработке методики с использованием образцового раствора).

12.5. Радиохимическое выделение ^{90}Y (^{90}Sr) и ^{137}Cs

В отобранную аликвоту воды после подкисления HCl до pH = 1 вносят растворы носителей – хлористый иттрий (60 мг в расчете на Y_2O_3), хлористый стронций (100 мг в расчете на $SrSO_4$), хлористый цезий (80 мг в расчете на $Cs_3Sb_2I_9$) и хлористый лантан (60 мг в расчете на La_2O_3). При малой минерализации воды в пробу необходимо добавить 50—100 мг хлористого кальция. Пробу упаривают до 500—600 мл. Из горячего раствора осаждают оксалаты щелочно-земельных элементов добавлением насыщенного раствора щавелевой кислоты (или щавелево-кислого аммония) и раствора аммиака до pH = 4. Раствор с осадком оставляют на 2—4 ч, отфильтровывают осадок и промывают его дистиллированной водой, содержащей оксалат-ионы.

Осадок прокаливают при температуре 600—800 °С в течение часа, растворяют в 2 н HCl и кипятят до полного удаления CO_2. После этого осаждают гидроокись иттрия (лантана) безугольным аммиаком и отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 11,0 см. Записывают время отделения ^{90}Y от ^{90}Sr. Осадок растворяют в 30—40 мл 1 н HCl, насыщают мел-

корастертым сульфатом калия до появления осадка (отделение иттрия от редкоземельных радионуклидов). 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 (процедуру осаждения сульфатов калия и лантана повторяют). Фильтрат разбавляют дистиллированной водой до объема 100 мл, осаждают гидроокись иттрия безугольным аммиаком при pH = 8—9 и отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «красная лента» диаметром 11,0 см. Осадок растворяют в 2 н HCl, разбавляют дистиллированной водой до 100 мл, добавляют 10 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты и аммиаком доводят pH 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 муфеле в течение 1 ч при температуре 800—900 °С для переведения оксалата иттрия в Y_2O_3. Полученный осадок наносят равномерным слоем на предварительно взвешенную подложку, взвешивают осадок вместе с подложкой для определения химического выхода иттрия. Измерение активности ^{90}Y в приготовленном счетном образце и определение удельной активности ^{90}Sr в пробе воды выполняют в соответствии с п. 13.8.

В фильтрате (после осаждения оксалатов щелочно-земельных и редкоземельных элементов) определяют ^{137}Cs. Для этого в раствор последовательно вносят 5—7 мл 10 %-го азотно-кислого никеля и 5—7 мл 10 %-го ферроцианида натрия, перемешивают 2—3 мин и оставляют на несколько часов (лучше на ночь) для формирования осадка. Осадок ферроцианида никеля, содержащего ^{137}Cs, отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «синяя/белая лента» диаметром 15,0 см, и прокаливают в муфеле при температуре 400—500 °С в течение 2—3 ч до полного сгорания фильтра. Фильтрат используют для определения ^{40}K. Прокаленный осадок переносят в стакан, заливают 3 н HCl и нагревают до кипения. Нерастворившиеся частицы отфильтровывают, используя обеззоленный фильтр «белая/желтая лента» диаметром 7,0 см, промывают на фильтре 3 н HCl, общий объем раствора не должен быть более 50 мл. Фильтрат охлаждают, вносят в него 3 мл свежеприготовленного насыщенного раствора NH_4I, обесцвечивают раствор добавлением сернисто-кислого натрия, затем приливают 0,8 мл треххлористой сурьмы $SbCl_3$ и тщательно перемешивают раствор стеклянной палочкой до образования осадка $Cs_2Sb_2I_9$ красного цвета. Осадок выдерживают 1,5—2 ч (можно на ледяной бане).

Отстоявшийся осадок $Cs_3Sb_2I_9$ фильтруют, используя обеззоленный фильтр «синяя лента» или «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. Высушенный осадок наносят равномерным слоем на предварительно взвешенную подложку, взвешивают осадок вместе с подложкой для определения химического выхода цезия.

Измерение активности ^{137}Cs в приготовленном счетном образце и определение его удельной активности в пробе воды выполняют в соответствии с п. 13.9.

12.6. Приготовление счетных образцов для определения удельной активности ^{40}K

Счетный образец для определения удельной активности ^{40}K готовят путем выпаривания до сухого остатка фильтрата, полученного после выделения ^{90}Y (^{90}Sr) и ^{137}Cs. Сухой остаток прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре 300—400 °С. Осадок растирают до состояния «пудры», взвешивают, переносят на подложку целиком или берут аликвоту (в зависимости от веса выделенного осадка), фиксируют этиловым спиртом, высушивают под инфракрасной лампой.

Измерение активности ^{40}K в приготовленном счетном образце и определение его удельной активности в пробе воды выполняют в соответствии с п. 13.10.

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

13.1. Подготовка к измерениям

Для проведения измерения с заранее заданной погрешностью нужно определить время измерения пробы на основании заданной погрешности, скорости счета от фона и времени его измерения, а также ориентировочной скорости счета от препарата. Выбор времени счета препарата производят по формуле:

$$t = \frac{n_0 + n_\phi}{\frac{(\delta n_0 \cdot n_0)^2}{100^2} - \frac{n_\phi}{t_\phi}} \text{ мин, где} \qquad (6)$$

n_0 — скорость счета от препарата за вычетом фона, имп/мин;

$n_ф$ – скорость счета от фона, имп/мин;
δn_0 – заданная погрешность измерения, %, принимается по данным табл. 1;
$t_ф$ – время измерения фона, мин;
t – время измерения препарата, мин.

Измерения активности радионуклидов выполняют с применением альфа-бета-радиометра, например УМФ-2000, 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, например УМФ-2000;

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

– вычисляют фоновую скорость счета импульсов $n_ф$ по формуле:

$$n_Ф = \frac{N_Ф}{t_ф} \text{ имп/мин, где} \qquad (7)$$

$N_ф$ – количество накопленных импульсов при измерении фона, имп;
$t_ф$ – время измерения фона, мин;

– в случае, если $n_ф$ превышает 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 альфа- и/или бета-каналу $n_{ки}$ по формуле:

$$n_{ки} = \frac{N_{ки}}{t_{ки}} \text{ имп/мин, где} \qquad (8)$$

$N_{ки}$ – 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.

13.2. Определение удельной суммарной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов

13.2.1. Определяют коэффициент связи радиометра для альфа- и бета-излучения образцов сравнения, изготовленных на основе ^{226}Ra (альфа-канал) и ^{40}K (бета-канал) в соответствии с прилож. 5.

13.2.2. Вычисляют скорость счета импульсов от счетного образца $n_{со}$ по бета- и альфа-каналу по формуле:

$$n_{со}^{\alpha(\beta)} = \frac{N_{со}^{\alpha(\beta)}}{t_{со}} \text{ имп/мин, где} \qquad (9)$$

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

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

13.2.3. Определяют удельную суммарную активность альфа-излучающих радионуклидов $A_{\Sigma\alpha}$ в воде по формуле:

$$A_{\Sigma\alpha} = \frac{n_{со}^{\alpha} \cdot K_{\alpha} \cdot M}{m} \text{ Бк/кг, где} \qquad (10)$$

$n_{со}^{\alpha}$ – скорость счета импульсов от образца за вычетом фона по альфа-каналу, имп/мин;

K_{α} – коэффициент связи для альфа-излучения образца, (Бк/мг)/(имп/мин);

M – масса выделенного осадка, мг;

m – масса пробы воды, кг.

13.2.4. Определяют суммарную удельную активность бета-излучающих радионуклидов $A_{\Sigma\beta}$ в воде по формуле:

$$A_{\Sigma\beta} = \frac{n_{co}^{\beta} \cdot K_{\beta} \cdot M}{m \cdot p} \text{ Бк/кг, где} \qquad (11)$$

n_{co}^{β} – скорость счета импульсов от образца за вычетом фона по бета-каналу, имп/мин;
K_{β} – коэффициент связи для бета-излучения, Бк/(имп/мин);
M – масса выделенного осадка, мг;
m – масса пробы воды, кг;
p – масса аликвоты выделенного осадка, перенесенная на подложку, мг.

13.3. Определение удельной активности ^{228}Ac (^{228}Ra)

13.3.1. После вычисления скорости счета импульсов от счетного образца La_2O_3 (^{228}Ac) по бета-каналу определяют удельную активность ^{228}Ac (^{228}Ra) в пробе воды по формуле:

$$A_{Ac-228} = A_{Ra-228} = \frac{n \cdot K_{Ac-228}}{e^{-\lambda_{Ac-228} \cdot t} \cdot (1 - e^{-\lambda_{Ac-228} \cdot t_1}) \cdot m \cdot \rho \cdot \rho_1} \text{ Бк/кг, где} \qquad (12)$$

n – скорость счета импульсов от счетного образца за вычетом фона, имп/мин;
K_{Ac-228} – коэффициент связи для ^{228}Ac, Бк/(имп/мин), определенный согласно прилож. 5;
λ_{Ac-228} – постоянная распада ^{228}Ac;
t – время, прошедшее от момента осаждения гидроокиси лантана (отделение ^{228}Ac от ^{228}Ra) до момента начала измерения скорости счета, ч;
t_1 – время накопления ^{228}Ac в растворе ^{228}Ra, ч (при условии $t_1 < 40$ ч);
m – масса пробы воды, кг;
ρ – химический выход лантана;
ρ_1 – химический выход бария.

Величины поправок на распад ^{228}Ac ($T_{1/2} = 6{,}13$ ч) в зависимости от времени приведены в табл. 2.

Таблица 2

Поправка на распад ^{228}Ac ($e^{-\lambda_{Ac-228} \cdot t}$) в зависимости от времени

Время распада ^{228}Ac, часы (t)	$e^{-\lambda_{Ac-228} \cdot t}$
1	2
1	0,90
1,5	0,84

Продолжение табл. 2

1	2
2	0,79
1	2
2,5	0,76
3	0,71
3,5	0,67
4	0,64
4,5	0,60
5	0,57
6	0,50

13.4. Определение удельной активности ^{226}Ra и ^{224}Ra

Изотопы ^{226}Ra и ^{224}Ra имеют сравнительно большие радиоактивные цепочки распада, в результате чего после совместного выделения этих изотопов в полученных препаратах сульфата бария(радия) происходит изменение активности, которое должно обязательно учитываться для корректного определения активности изотопов радия. Альфа-активность ^{224}Ra в выделенном образце возрастает за счет накопления в нем короткоживущих продуктов распада радионуклида (^{220}Rn и ^{216}Po). Максимум активности, в 3,2 раза превышающий исходную величину, достигается через 15 ч. Затем происходит ее спад с $T_{1/2}$ = 3,6 дня (табл. 3).

Таблица 3

Поправка на распад ^{228}Ra ($e^{-\lambda_{Ra-224}\cdot t}$) в зависимости от времени

Время распада ^{224}Ra, сутки (t)	$e^{-\lambda_{Ra-224}\cdot t}$
1	0,83
2	0,68
2,5	0,62
3	0,57
3,75	0,49
4	0,47
4,75	0,41
5	0,39
6	0,3
11	0,12

Нарастание альфа-активности ^{226}Ra в течение первого месяца определяется накоплением ^{222}Rn и его короткоживущих продуктов распада, которые сравнительно быстро приходят с ним в равновесие. Активность ^{210}Po вследствие большого периода полураспада его предшественника ^{210}Pb ($T_{1/2}$ = 22,3 года) возрастает в первые три месяца медленно и, так как она на три порядка меньше общей альфа-активности, ее можно не учитывать. ^{210}Po приходит в равновесие с ^{226}Ra более чем через 5 лет [3].

В течение первого месяца к испускаемой ^{226}Ra альфа-частице добавляются еще три альфа-частицы, испускаемые ^{222}Rn, ^{218}Po и ^{214}Po. Вследствие этого в этот период изменение альфа-активности ^{226}Ra можно описать формулой:

$$A_t / A_0 = 1 + 3 \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t}), \text{ где} \qquad (13)$$

A_t – активность ^{226}Ra в момент времени t после отделения его от продуктов распада, Бк/кг;

A_0 – активность ^{226}Ra в момент его выделения, когда $t = 0$, Бк/кг;

t – время от момента отделения ^{226}Ra от продуктов его распада до измерения активности счетного образца, сутки;

λ – постоянная распада ^{222}Rn.

Соответствующие величины, характеризующие изменение альфа-активности ^{226}Ra в течение первого месяца после выделения радионуклида, представлены в табл. 4.

Таблица 4

Изменение альфа-активности ^{226}Ra в первый месяц после выделения радионуклида $A_t / A_0 = \chi$

t, сутки	χ	t, сутки	χ
1	1,5	14	3,76
2	1,92	15	3,81
3	2,26	17	3,86
4	2,45	18	3,89
5	2,80	20	3,92
6	2,98	21	3,93
7	3,15	22	3,95
8	3,28	28	3,98
10	3,52	30	3,99
11	3,60	36	4,00

Для определения активности ^{226}Ra счетный образец достаточно измерить через 4 ч, и через 1, 2 и 3 суток после отделения ^{222}Rn и сравнить полученные величины с результатами, рассчитанными по формуле (13).

Совпадение (в пределах погрешности измерения) величин свидетельствует о наличии в образце преимущественно ^{226}Ra и практическом отсутствии ^{224}Ra, что позволяет определить активность ^{226}Ra в период от 4 ч до 2—3 суток после отделения ^{226}Ra от ^{222}Rn. В этом случае вычисляют скорость счета импульсов от счетного образца ($BaSO_4$) по альфа-каналу через 4 ч после прокаливания, а также через 1, 2 и 3 суток. Для скорости счета импульсов, полученной через 1, 2 и 3 суток после прокаливания (т. е. после отделения ^{226}Ra от ^{222}Rn), вносят соответствующие поправки из табл.4, берут среднюю из всех временных точек величину и определяют удельную активность ^{226}Ra по формуле:

$$A_{Ra-226} = \frac{P \cdot n_1 \cdot K_{Ra-226}}{m \cdot \rho} \text{ Бк/кг, где} \qquad (14)$$

P – масса счетного образца, мг;

n_1 – средняя скорость счета импульсов от счетного образца через 4 ч, а также (с учетом поправок из таблицы) через 1, 2 и 3 суток после прокаливания $BaSO_4$ (^{226}Ra), имп/мин;

K_{Ra-226} – коэффициент связи для ^{226}Ra, (Бк/мг)/(имп/мин) определенный согласно прилож. 5;

m – масса пробы воды, кг;

ρ – химический выход бария.

Если величины, полученные при измерении активности счетного образца через 1, 2 и 3 суток после отделения ^{226}Ra от ^{222}Rn, не совпадают с рассчитанными по формуле (13) величинами, это означает, что в пробе помимо ^{226}Ra, в соизмеримых с ним количествах, присутствует ^{224}Ra. В этом случае для идентификации ^{226}Ra и ^{224}Ra необходимо дополнительное измерение альфа-активности счетного образца через промежуток времени (t), достаточный для распада находящегося в препарате ^{224}Ra. Поскольку период полураспада ^{224}Ra равен 3,64 суток, дополнительное измерение альфа-активности можно проводить, начиная с 11 суток после первого измерения. К этому времени ^{224}Ra практически распадается, а нарастание активности ^{226}Ra учитывают, используя формулу (13).

Удельную активность ^{226}Ra и ^{224}Ra вычисляют соответственно по формулам:

$$A_{Ra-226} = \frac{P \cdot n_2 \cdot K_{Ra-226}}{\chi \cdot m \cdot \rho} \text{ Бк/кг} \qquad (15)$$

$$A_{Ra-224} = \frac{P \cdot (n_1 - \frac{n_2}{\chi}) \cdot K_{Ra-224}}{3 \cdot e^{-\lambda_{Ra-224} \cdot t} \cdot m \cdot \rho} \text{ Бк/кг, где} \qquad (16)$$

P – масса счетного образца, мг;

n_2 – скорость счета импульсов от счетного образца (за вычетом скорости счета фона) через t суток после первого измерения, имп/мин;

K_{Ra-226} и K_{Ra-224} – коэффициенты связи для ^{226}Ra и ^{224}Ra, Бк/мг)/(имп/мин) определенные согласно прилож. 5;

χ – коэффициент, учитывающий регистрацию радиометром альфа-частиц, испускаемых дочерними продуктами распада ^{226}Ra через t суток после первого измерения (табл. 4);

m – масса пробы воды, кг;

ρ – химический выход бария;

n_1 – скорость счета импульсов от счетного образца (за вычетом скорости счета фона) через 4 ч после прокаливания $BaSO_4$ (^{226}Ra) , имп/мин;

3 – коэффициент, учитывающий регистрацию радиометром альфа-частиц, испускаемых дочерними продуктами распада ^{224}Ra;

λ_{Ra-224} – постоянная распада ^{224}Ra;

t – время, прошедшее от момента отделения ^{224}Ra от ^{228}Th (осаждение $Ba(Ra)SO_4$) до момента первого измерения скорости счета счетного образца, сутки.

13.5. Определение удельной активности ^{210}Po, ^{210}Bi (^{210}Pb)

После электролитического осаждения ^{210}Po и ^{210}Bi на никелевый диск определяют скорость счета полученного образца по альфа- и бета-каналу. Измерение активности препарата выполняют не ранее, чем через 10—12 ч после электрохимического выделения радионуклидов, поскольку кроме ^{210}Po и ^{210}Bi препарат может содержать короткоживущие альфа-активные (^{218}Po, ^{214}Po, ^{216}Po, ^{212}Po, ^{215}Po, ^{211}Po, ^{211}Bi) и бета-активные (^{214}Bi, ^{212}Bi) радионуклиды. Выдержка препарата перед его измерением в течение 10—12 ч приводит к распаду этих короткоживущих радионуклидов, т. е. устраняет их мешающее влияние.

Удельную активность ^{210}Po в пробе воды определяют по формуле:

$$A_{Po-210} = \frac{n \cdot K_{Po-210}}{m \cdot \rho} \text{ Бк/кг, где} \quad (17)$$

n — скорость счета импульсов от счетного образца за вычетом фона по альфа-каналу, имп/мин;

K_{Po-210} — коэффициент связи для ^{210}Po, Бк/(имп/мин), полученный при использовании контрольного образца сравнения;

m — масса пробы воды, кг;

ρ — химический выход ^{210}Po.

Удельную активность ^{210}Bi в воде, которую принимают равной удельной активности ^{210}Pb, определяют по формуле:

$$A_{Bi-210} = A_{Pb-210} = \frac{n_1 \cdot K_{Bi-210}}{m \cdot \rho_1 \cdot e^{-\lambda_{Bi-210} \cdot t}} \text{ Бк/кг, где} \quad (18)$$

n_1 — скорость счета импульсов от счетного образца за вычетом фона по бета-каналу, имп/мин;

K_{Bi-210} — коэффициент связи для ^{210}Bi, Бк/(имп/мин), полученный при использовании контрольного образца сравнения;

m — масса пробы воды, кг;

ρ_1 — химический выход ^{210}Bi;

t — время от электрохимического выделения ^{210}Bi до измерения его активности, часы;

λ_{Bi-210} — постоянная распада ^{210}Bi.

Примечания.

1. Химические выходы ^{210}Po и ^{210}Bi были определены экспериментально при разработке методики с использованием соответствующих стандартных растворов: $\rho_{Po-210} = 0{,}9$; $\rho 1_{Bi-210} = 0{,}85$.

2. Поправки на распад ^{210}Bi ($T_{1/2}$=120 ч) представлены в табл. 5.

Таблица 5

Поправка на распад ^{210}Bi ($e^{-\lambda_{Bi-210} \cdot t}$) в зависимости от времени

Время распада ^{210}Bi, часы (t)	$e^{-\lambda_{Bi-210} \cdot t}$
12	0,93
16	0,91
20	0,89
24	0,87
28	0,85
32	0,83
40	0,80

13.6. Определение удельной активности ^{238}U

После выделения накопившегося из урана-238 ^{234}Th и измерения скорости счета образца на УМФ-2000 по бета-каналу удельную активность ^{238}U в воде определяют по формуле:

$$A_{U-238} = A_{Th-234} = \frac{n \cdot K_{Th-234}}{(1 - e^{-\lambda_{Th-234} \cdot t}) \cdot m \cdot \rho_1 \cdot \rho_2} \text{ Бк/кг, где} \quad (19)$$

n – скорость счета импульсов от счетного образца за вычетом фона по бета-каналу, имп/мин;

K_{Th-234} – коэффициент связи для ^{234}Th, Бк/(имп/мин), определенный согласно прилож. 5;

λ_{Th-234} – постоянная распада ^{234}Th;

t – время накопления ^{234}Th в растворе ^{238}U, сутки;

m – масса пробы воды, кг;

ρ_1 – химический выход иттрия (^{234}Th);

ρ_2 – химический выход ^{238}U.

Примечание. Химический выход ^{238}U был определен экспериментально при разработке методики с использованием стандартного раствора ^{233}U: $\rho_{2(U-238)} = 0{,}65$.

13.7. Определение удельной суммарной активности изотопов тория (^{228}Th, ^{230}Th, ^{232}Th)

Вычисляют скорость счета импульсов от счетного образца (в тонком слое) по альфа-каналу и определяют суммарную удельную активность изотопов тория в пробе воды по формуле:

$$A_{\Sigma Th} = \frac{n \cdot K_{\Sigma Th}}{m \cdot \rho} \text{ Бк/кг, где} \quad (20)$$

n – скорость счета импульсов от счетного образца за вычетом фона, имп/мин;

$K_{\Sigma Th}$ – коэффициент связи для суммы изотопов тория, Бк/(имп/мин);

m – масса пробы, кг;

ρ – химический выход радионуклидов.

Примечание. Химический выход суммы альфа-излучающих изотопов тория определяют измерив скорость счета образца (^{234}Th) на УМФ-2000 по бета-каналу.

13.8. Определение удельной активности ^{90}Sr

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 воды по формуле:

$$A_{Y-90} = A_{Sr-90} = \frac{n \cdot K_{Y-90}}{e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t} \cdot m \cdot \rho} \text{ Бк/кг, где} \qquad (21)$$

n — скорость счета импульсов от счетного образца за вычетом фона, имп/мин;

K_{Y-90} — коэффициент связи между активностью ^{90}Y и скоростью счета импульсов от счетного образца, Бк/(имп/мин), определенный согласно прилож. 5;

λ_{Y-90} — постоянная распада ^{90}Y;

t — время, прошедшее от момента отделения ^{90}Y от ^{90}Sr до времени измерения активности образца, ч;

m — масса пробы воды, кг;

ρ — химический выход ^{90}Y.

Величины поправок на распад ^{90}Y ($T_{1/2} = 64{,}1$ ч) в зависимости от времени приведены в табл. 6.

Таблица 6

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

Для проверки радиохимической чистоты выделенного ^{90}Y счетный образец измеряют дополнительно через периоды времени, равные 1—2 периодам полураспада радионуклида. 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.

13.9. Определение удельной активности ^{137}Cs

После вычисления скорости счета импульсов от счетного образца ($Cs_3Sb_2I_9$) по бета-каналу определяют удельную активность ^{137}Cs в пробе воды по формуле:

$$A_{Cs-137} = \frac{n \cdot K_{Cs-137}}{m \cdot \rho} \text{ Бк/кг, где} \qquad (22)$$

n – скорость счета импульсов от счетного образца за вычетом фона, имп/мин;

K_{Cs-137} – коэффициент связи между активностью ^{137}Cs и скоростью счета импульсов от счетного образца, Бк/(имп/мин), определенный согласно прилож. 5;

m – масса пробы воды, кг;

ρ – химический выход ^{137}Cs.

13.10. Определение удельной активности ^{40}K

Счетный образец помещают в держатель образцов альфа-бета радиометра на посадочное место для измерения проб на толстых подложках и закрывают сверху алюминиевой фольгой толщиной 81 мг/см², поскольку максимальная энергия бета-излучения природных радионуклидов рядов ^{238}U и ^{232}Th значительно ниже, чем у ^{40}K, за поглощающим экраном из алюминия толщиной 81 мг/см², соответствующим слою половинного ослабления для бета-излучения ^{40}K, регистрируется только бета-излучение ^{40}K, ослабленное в 2 раза. Бета-излучение ^{90}Y отсутствует, т. к. он радиохимически удален из аликвоты на предыдущем этапе анализа.

После вычисления скорости счета импульсов от счетного образца, закрытого алюминиевой фольгой толщиной 81 мг/см², определяют удельную активность ^{40}K в пробе воды по формуле:

$$A_{K-40} = \frac{2 \cdot n \cdot K_{K-40} \cdot M}{m \cdot p} \text{ Бк/кг, где} \qquad (23)$$

n – скорость счета импульсов от счетного образца, закрытого алюминиевой фольгой (толщиной 81 мг/см²) за вычетом фона, имп/мин;

K_{K-40} – коэффициент связи между активностью ^{40}K и скоростью счета импульсов от счетного образца, Бк/(имп/мин), определенный согласно прилож. 5;

M – масса выделенного осадка, мг;

m – масса пробы воды, кг;

p – масса аликвоты выделенного осадка, перенесенной на подложку, мг.

13.11. Обработка результатов измерений

13.11.1. При полном радионуклидном анализе следует выполнять оценку соответствия удельной суммарной альфа-активности

и суммы активностей радионуклидов (МУ 2.6.1.1981—05) по критерию:

$$A_{\alpha} - \sum_{i} K_i \cdot A_i < 0{,}2 \text{ Бк/кг} \text{ , где} \qquad (24)$$

A_{α} – удельная суммарная альфа-активность, Бк/кг;

K_i – коэффициенты, характеризующие несоответствие энергетических спектров стандартов сравнения и реальной пробы (табл. 7);

0,2 – эмпирический коэффициент, учитывающий присутствие в пробе воды других альфа-излучающих радионуклидов на уровне не более 5 % от значения $УВ_i$, определение которых в процессе анализа не проводили (например, ^{234}U, ^{232}Th, ^{230}Th, ^{228}Th).

Таблица 7

Значения коэффициента K_i при использовании стандарта сравнения с $E_{\alpha} \cong 5{,}15$ МэВ и нижним уровнем дискриминации α-радиометра ≅ 3 МэВ

Альфа-излучающий радионуклид	Энергия альфа-излучения, кэВ	Значение коэффициента K_i
^{232}Th	4010	0,60
^{238}U	4195	0,65
^{230}Th	4685	0,85
^{234}U, ^{226}Ra	4770; 4780	0,90
$^{239+240}Pu$; ^{210}Po	5155 + 5168; 5305	1,00
^{228}Th; ^{241}Am; ^{238}Pu	5420; 5486; 5500	1,10
^{224}Ra	5680	1,15

13.11.2. Если условие (24) выполнено, то считается, что все основные альфа-излучающие радионуклиды, содержащиеся в пробе, определены, и дальнейшие исследования воды не требуются.

13.11.3. Результаты определения удельной активности (как и удельной суммарной активности) радионуклидов в пробе воды представляют в форме:

$$A = A_{изм} \pm \Delta A_{изм} \text{ Бк/кг, где} \qquad (25)$$

$A_{изм}$ – результат измерения;

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

$$\Delta A_{изм} = \frac{\delta \cdot A_{изм}}{100} \quad \text{Бк/кг} \qquad (26)$$

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 δ_ρ. В случае выделения изотопа без носителя включается относительная погрешность выхода изотопа, найденная в предварительных экспериментах;

– градуировки прибора, δ_k, 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:

$$\delta = \frac{100}{N_0} \cdot \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_\phi}{t_\phi}} \ \%, \text{ где} \qquad (27)$$

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_ϕ – скорость счета от фона, имп/мин;
t_ϕ – время измерения фона, мин.

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

Общую погрешность, δ_Σ, анализа рассчитывают по формуле:

$$\delta_\Sigma = \sqrt{\delta_к^{\,2} + \delta_\rho^{\,2} + \delta^2} \qquad (28)$$

14. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

14.1. 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);

– стабильности результатов измерения (на основе оценки погрешности при реализации всего анализа в соответствии со схемой, приведенной в прилож. 6).

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

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

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

$$K_K = |K_X - K_C| \text{ , где} \qquad (29)$$

K_x – результат контрольного измерения активности радионуклида в образце для контроля;

K_c – аттестованное значение образца для контроля.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия: $K < \delta$, значения δ принимают по табл. 1 в соответствии с аттестованным значением образца для контроля.

При невыполнении условия (29) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (29) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

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

Приложение 1
(справочное)

Ряды радиоактивного распада

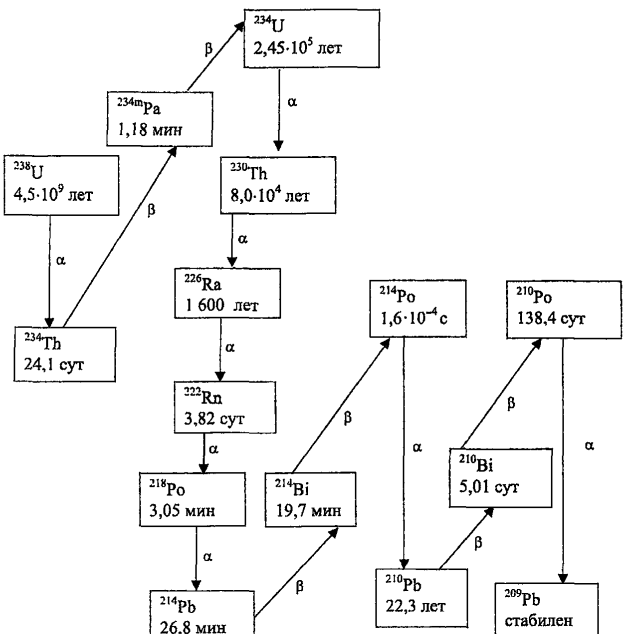


Рис. 1. Радиоактивный ряд урана-238

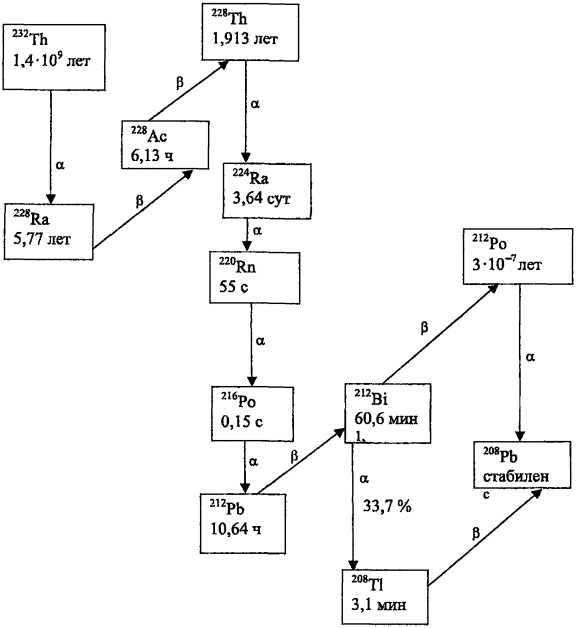


Рис. 2. Радиоактивный ряд тория-232

Приложение 2
(справочное)

Инструкция
по отбору проб воды из разных источников

1. Отбор проб воды для анализа радиологических показателей следует производить с учетом общих требований ГОСТ Р 51592—2000.

2. Для отбора проб воды используют емкости из полимерных материалов, которые непосредственно перед отбором пробы необходимо не менее трех раз ополоскать водой из обследуемого источника.

3. Масса отбираемой пробы воды должна составлять 1 кг при анализе суммарных показателей, 10 кг – при анализе радионуклидного состава и удельной активности природных радионуклидов в воде и не менее 4 кг при анализе удельной активности ^{137}Cs и ^{90}Sr в воде (4 кг на аварийно загрязненных территориях и 20 кг для фоновых значений).

4. При отборе проб из действующей артезианской скважины или водопровода воду сливают не менее 5 мин, во всех остальных случаях (вновь вводимых, после ремонта и др.) – в течение времени, необходимого для установления стабильных характеристик воды. Пробы воды из колодцев и открытых водоемов отбирают традиционным для данного населенного пункта способом. Отобранную пробу выдерживают в емкости в течение времени, необходимого для осаждения мелкодисперсных частиц песка, почвы или ила, которые могут попасть в пробу.

5. Отобранную пробу подкисляют соляной кислотой до pH = 1 для исключения процесса сорбции микроколичеств радионуклидов.

6. Каждую отобранную пробу опечатывают, снабжают этикеткой, наклеенной на емкость с пробой, и актом отбора. В акте отбора проб должна содержаться вся информация, необходимая для идентификации источника водоснабжения, рекомендуемая информация приведена в прилож. 3 к настоящим рекомендациям.

7. Пробы должны своевременно пройти процедуру пробоподготовки. Срок хранения подкисленных соляной кислотой проб, помещенных в емкости из полимерного материала, не должен превышать 14 дней.

Приложение 3
(рекомендуемое)

Информация
для внесения в акт отбора проб воды

На каждую пробу воды должен быть составлен акт отбора. При одновременном отборе нескольких проб допускается сведения о них приводить в одном акте.

В акте отбора проб воды должна быть отражена следующая информация.

1. Наименование и юридический адрес заказчика.
2. Наименование и адрес источника водоснабжения (артезианская скважина, водопровод, партия бутилированной воды и т. д.) с указанием его основных характеристик (например, при отборе проб бутилированной воды следует указать № партии и дату розлива, вид тары и ее объем, при отборе проб из артезианской скважины – №, глубину и наименование организации владельца скважины).
3. Дата и время отбора пробы.
4. Место отбора пробы.
5. Объем каждой пробы.
6. Ф.,И.,О. и подпись лиц, проводивших отбор проб, с указанием места работы и занимаемой должности.
7. Основание для отбора проб (по заявке заказчика, по предписанию органов Роспотребнадзора и т. п.).
8. Цель отбора проб воды (определение удельной суммарной альфа- и бета-активности, определение удельных активностей природных радионуклидов и т. п.).
9. Характеристика условий отбора проб.

Пробы должны быть опечатаны после их отбора, а также после их консервации и/или концентрирования перед отправкой на исследование.

Приложение 4
(справочное)

Приготовление рабочих растворов и растворов носителей. Подготовка ионообменных смол к анализу, регенерация и хранение

Приготовление рабочих растворов

1. *Кислоты:*
– HCl – 0,5 н; 0,7 н; 1 н; 2 н; 3 н; 8 н;
– HNO_3 – 0,5 н; 7 н.

Для приготовления рабочего раствора кислоты концентрированную кислоту разбавляют дистиллированной водой до нужной концентрации. Концентрацию определяют, измерив соответствующим ареометром ее удельный вес. Затем, используя формулу (30), вычисляют нормальность кислоты, для чего предварительно определяют ее процентное содержание по справочной литературе, например [4], и эквивалентный вес (табл. 8).

$$N = \frac{1\,000 \cdot a \cdot d}{100 \cdot Э} = \frac{10 \cdot a \cdot d}{Э}, \text{ где} \qquad (1)$$

N – нормальность кислоты;
a – процентное содержание кислоты;
d – удельный вес кислоты;
$Э$ – эквивалентный вес кислоты.

Таблица 1

Эквивалентный вес кислот

Кислота	Эквивалентный вес
Соляная (HCl)	36,47
Азотная (HNO_3)	63,02
Серная (H_2SO_4)	49,04

Определив нормальность кислоты, рассчитывают количество ее, необходимое для приготовления нужного раствора.

Пример. Необходимо приготовить 500 мл 0,5 н HNO_3.

Сначала определяют удельный вес исходной кислоты (d = 1,40), затем по справочнику находят, что в азотной кислоте, удельный вес которой 1,40, процентное содержание HNO_3 – 67 %. Рассчитывают нормальность имеющейся кислоты:

$$N = \frac{10 \cdot 67 \cdot 1{,}40}{63{,}02} = 14{,}9$$

Определяют во сколько раз имеющаяся кислота концентрированнее приготовляемой: 14,9 : 0,5 = 29,8.

На основании этого устанавливают, что для приготовления 1,0 л 0,5 н HNO_3 необходимо разбавить дистиллированной водой до 1,0 л 33,6 мл (1 000 мл : 29,8 мл = 33,6 мл) азотной кислоты плотностью d=1,40.

2. *Натрий углекислый, 5 %-й раствор:* 50 г соли растворяют при нагревании в 950 см³ дистиллированной воды. Срок хранения 1 год.

3. *Лимонная кислота, 1 %-й раствор:* 1 г кислоты растворяют в 99 мл дистиллированной воды. Срок хранения 1 год.

4. *Аммоний хлористый, 25 %-й раствор:* 25 г соли NH_4Cl растворяют в 75 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

5. *Аммоний щавелево-кислый, насыщенный раствор:* 12 г соли $(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$ растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

6. *Щавелевая кислота, насыщенный раствор:* 10 г $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

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

8. *Аммоний углекислый, 15 %-й раствор:* 15 г $(NH_4)_2CO_3 \cdot H_2O$ растворяют в 85 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

9. *Аммоний углекислый, 10 %-й раствор:* 10 г $(NH_4)_2CO_3 \cdot H_2O$ растворяют в 90 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

10. *Аммоний углекислый, 2 %-й раствор:* 2 г $(NH_4)_2CO_3 \cdot H_2O$ растворяют в 98 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

11. *Никель азотно-кислый, 10 %-й раствор:* 50 г соли растворяют в 450 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

12. *Натрий железистосинеродистый, 10 %-й раствор:* 50 г соли растворяют в 450 см³ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

13. *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.

14. *Йодистый аммоний, насыщенный раствор:* 170 г соли растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения 1 месяц.

15. *Оксалатно-аммиачно-хлоридный буферный раствор:* 1,26 г оксалата аммония и 53,5 г хлорида аммония растворяют в 1 л дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

16. *Аммиак водный безугольный, раствор:* получают перегонкой NH_4OH в аппарате, собранном из перегонной колбы, холодильника (ловушки) и приемной колбы. Для связывания CO_2 в перегонную колбу добавляют $(OH)_2$ из расчета 5—10 г/л. Срок хранения 1 месяц.

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 азотно-кислых. Количество вводимого носителя зависит от принятых условий измерения радиоактивности препарата. При определении бета-излучателей следует стремиться к уменьшению количества носителя, т. к. 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.

Если объем взятой на анализ пробы велик, необходимо помимо носителей радионуклидов добавлять коллекторный носитель, от которого носитель определяемого изотопа легко отделить в последующих химических операциях. Чаще всего в качестве коллекторного носителя используют соли железа.

Хотя наиболее часто для определения химического выхода изотопа применяют весовой метод, т. к. проще всего измерить радиоактивность твердых препаратов, контроль за потерями радиоактивных изотопов в ходе анализа определяют не только выходом носителя. В некоторых случаях для определения химического выхода можно воспользоваться другим радиоактивным изотопом этого же элемента – метод радиоактивных индикаторов. Когда у элемента нет изотопов, различающихся типом излучения, при использовании метода радиоактивных индикаторов для определения химического выхода необходима сложная аппаратура, например спектрометрическая. При использовании альфа-спектрометрии препараты для измерения должны быть тонкослойными.

Метод радиоактивных индикаторов находит широкое применение при определении альфа-спектрометрическим методом изотопов урана (^{234}U, ^{238}U), тория (^{228}Th, ^{230}Th, ^{232}Th), а также ^{210}Po. При этом в качестве изотопных индикаторов полноты выделения используются ^{234}Th (бета-излучатель), ^{232}U, и ^{209}Po, энергии альфа-частиц которых отличаются от энергий альфа-частиц определяемых изотопов.

Все растворы носителей должны быть либо соляно-кислыми, либо азотно-кислыми и не должны содержать другие анионы, 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;

– провести 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 воде.

1. Приготовление титрованного раствора бария

Исходная соль для приготовления раствора – $BaCl_2 \cdot 2H_2O$. Соединение, в виде которого выделяется носитель на последней стадии анализа – $BaSO_4$. Объем приготовляемого раствора носителя – 100 мл. Заданный титр $BaSO_4$ – 100 мг/мл, т. е. в 100 мл раствора должно содержаться 100 мг × 100 мл = 10 г $BaSO_4$.

Молекулярная масса $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ – 244,28.

Молекулярная масса $BaSO_4$ – 233,4.

Расчет титра сводится к следующему:

$$\begin{array}{ccc} 244{,}28 & - & 233{,}44 \\ X\,(\text{г}) & - & 10\,(\text{г}) \end{array} \qquad X = \frac{244{,}28 \cdot 10}{233{,}44} = 10{,}47 \text{ г}$$

Таким образом, для приготовления 100 мл раствора $BaCl_2$ с титром $BaSO_4$ ~ 100 мг/мл необходима навеска соли ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) массой 10,47 г. Навеску помещают в стакан емкостью 150 мл, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 5—10 мл 2 н HCl. Раствор переливают в мерную колбу емкостью 100 мл (если необходимо – фильтруют), доводят дистиллированной водой до метки.

Определение титра раствора проводят в условиях, аналогичных тем, которые используются на последнем этапе радиохимического анализа при выделении изотопов радия на $BaSO_4$.

Для этого в пять стаканов емкостью 150 мл отбирают по 1 мл приготовленного раствора, добавляют 10—15 мл 2 н HCl и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл. Нагревают раствор до кипения и осаждают $BaSO_4$, приливая при непрерывном перемешивании 10 мл 10 % H_2SO_4. После отстаивания в течении 30—40 мин осадки фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя 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 бария (T_{BaSO_4}) в растворе.

2. 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:

$$\begin{array}{ccc} 742{,}46 & - & 325{,}82 \\ X\,(\text{г}) & - & 5\,(\text{г}) \end{array} \qquad X = \frac{742{,}46 \cdot 5}{325{,}82} = 11{,}40 \text{ г}$$

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 2 н HCl. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу емкостью 100 мл, доводят дистиллированной водой до метки.

Для определения титра приготовленного раствора используют приемы, указанные в методике выделения ^{228}Ac на $La(OH)_3$ на последнем этапе его радиохимического анализа. Для этого в пять стаканов емкостью 150 мл отбирают по 1 мл приготовленного раствора носителя, добавляют 10 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 фильтруют 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 $\left(T_{La_2O_3}\right)$ в растворе.

3. Приготовление титрованного раствора железа

Исходная соль для приготовления раствора – $FeCl_3 \cdot 6H_2O$. Соединение, в виде которого выделяется носитель на последней стадии анализа – Fe_2O_3. Объем приготовляемого раствора носителя – 100 мл. Заданный титр Fe_2O_3 – 20 мг/мл, т. е. в 100 мл раствора должно содержаться 20 мг × 100 мл = 2 г La_2O_3.

Молекулярная масса $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ – 270,3.

Молекулярная масса Fe_2O_3 – 159,69.

Для получения одной молекулы Fe_2O_3 необходимо две молекулы $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, молекулярная масса которых составляет 540,6.

Расчет титра сводится к следующему:

$$\begin{array}{rcl} 540{,}6 & - & 159{,}69 \\ X\,(\text{г}) & - & 2\,(\text{г}) \end{array} \qquad X = \frac{540{,}6 \cdot 2}{159{,}69} = 6{,}77 \text{ г}$$

Таким образом, для приготовления 100 мл раствора $FeCl_3$ с титром Fe_2O_3 ~ 20 мг/мл необходима навеска соли ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) массой 6,77 г. Навеску помещают в стакан емкостью 150 мл, добавляют 10 мл 2 н HCl и дистиллированную воду до 80 мл. Раствор 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, добавляют 10 мл 2 н HCl и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл. Нагревают раствор до 80 °С и осаждают $Fe(OH)_3$, добавляя раствор NH_4OH до pH = 8—9. Осадки фильтруют 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 железа $\left(T_{Fe_2O_3}\right)$ в растворе.

4. 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 х 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:

$$\begin{array}{rcl} 606{,}8 & - & 225{,}8 \\ X\,(\text{г}) & - & 6\,(\text{г}) \end{array} \qquad X = \frac{606{,}8 \cdot 6}{225{,}8} = 16{,}12 \text{ г}$$

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 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, 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 фильтруют 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.

5. 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:

$$\begin{array}{l} 266{,}62 - 183{,}7 \\ X\,(\text{г}) - 10\,(\text{г}) \end{array} \qquad X = \frac{266{,}62 \cdot 10}{183{,}7} = 14{,}51 \text{ г}$$

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 %-й H_2SO_4 и равное по объему количество этилового спирта. После отстаивания в течение 2—3 ч осадки фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», тщательно перенося их со стенок стаканов горячей дистиллированной водой с добавлением нескольких капель 10 %-й 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. Вычисляют среднее арифметическое значение массы осадка, кото-

рое считают точной концентрацией, т. е. титром стронция (T_{SrSO_4}) в растворе.

6. 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:

$$505{,}08 - 1\,784{,}2 \qquad X = \frac{505{,}08 \cdot 10}{1\,784{,}2} = 2{,}83 \text{ г}$$

$$X\text{ (г)} - 10\text{ (г)}$$

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 0,5—0,8 мл раствора $SbCl_3$ до выпадения осадка $Cs_3Sb_2I_9$ красного цвета. Осадок выдерживают 1—2 ч на водяной бане, фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», промывают 3 раза ледяной уксусной кислотой, этиловым спиртом, сушат под инфракрасной лампой, взвешивают. Вычисляют среднее арифметическое значение массы осадка, которое считают точной концентрацией, т. е. титром цезия в растворе.

Подготовка ионообменных смол к анализу, регенерация и хранение

Для удовлетворительного хроматографического разделения ионов следует пользоваться только мелкозернистыми ионитами. Размер зерен смол (ЭДЭ-10П, КУ-2-8), используемых для разделения урана и тория, — (0,125—0,250) мм.

Перед использованием ионит просеивают через стандартные сита для того, чтобы сразу отделить нужную фракцию. Крупные зерна ионита измельчают в ступке мокрым или воздушно-сухим способом. После этого ионит снова просеивают, а оставшиеся крупные зерна измельчают.

Подготовленной таким образом фракции ионита нужно дать набухнуть, причем в процессе набухания следует сливать верхнюю жидкость для удаления из смолы частиц почти коллоидного размера. Для этого в мерном цилиндре приготавливают взвесь смолы в десятикратном объеме воды и оставляют ее приблизительно на полчаса. Образовавшуюся над смолой облакообразную взвесь сливают, добавляют в цилиндр порцию воды и повторяют весь процесс до тех пор, пока слой жидкости над смолой не станет чистым. В течение всего этого процесса смола впитывает воду и набухает. Далее проводят подготовительный цикл, при котором ионит переводят в Cl^--форму: смолы обрабатывают 1—2 н раствором HCl, дистиллированной водой, 0,5—1,0 н раствором NaOH и снова дистиллированной водой.

Для переведения смолы в Cl^--форму ее обрабатывают 1 н раствором HCl и промывают дистиллированной водой. Каждый раз смолу нужно промывать дистиллированной водой до нейтральной реакции. Время обработки смолы каждым реактивом – несколько часов, при переведении в Cl^--форму смолу, залитую 1 н раствором HCl, лучше оставить на ночь.

По окончании анализа смолу переносят из колонок в стакан, промывают дистиллированной водой, сливают верхнюю жидкость и проводят полный подготовительный цикл.

После регенерации смолу тщательно промывают дистиллированной водой и хранят в закрытых сосудах под слоем дистиллированной воды. Смолу, которая хранилась в течение года или дольше, перед использованием рекомендуется вновь регенерировать [5, 6].

Приложение 5
(справочное)

Приготовление калибровочных образцов и градуировка альфа-бета-радиометра

1. Подготовка аппаратуры к измерениям

1.1. Измерения активности радионуклидов выполняют с применением альфа-бета-радиометра УМФ-2000.

1.2. Проводят подготовку радиометра к работе согласно руководству по эксплуатации на прибор.

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 УМФ-2000.

2. Градуировка альфа-бета-радиометра для измерения активности альфа-излучающих радионуклидов (^{226}Ra, ^{224}Ra) и суммарной альфа-активности

Коэффициенты связи между активностью и скоростью счета импульсов от счетного образца альфа-излучающих радионуклидов для толстослойных препаратов, имеющих поверхностную плотность более 10 мг/см^2 (Бк/мг/(имп/мин), определяют с использованием эталонного раствора ^{226}Ra с удельной объемной активностью 10—100 Бк/см^3.

Для приготовления калибровочных образцов используют аликвоты эталонного раствора (готовят 5 образцов) ^{226}Ra одинаковой активности. В 5 термостойких химических стаканов емкостью 100 мл приливают по 30—40 мл 2 н HCl и вносят раствор носителя ^{226}Ra – хлористый барий $BaCl_2$ (90—100 мг в расчете на $BaSO_4$). В полученные растворы вносят отобранные аликвоты эталонного раствора ^{226}Ra одинаковой активности. Приготовленные растворы кипятят 10—15 мин на электрической плитке, добавляют при непрерывном перемешивании 15 мл 10 %-й H_2SO_4, кипятят 10—15 мин, после чего осадку ($Ba(Ra)SO_4$) дают отстояться в течение 1 ч. Осадок отфильтровывают через обеззоленный фильтр «синяя лента» (масса золы одного фильтра – 0,0004 г) и несколько раз промывают дистиллированной водой. Промытый осадок сульфата бария $Ba(Ra)SO_4$ высушивают, прокаливают в муфельной печи при температуре 800 °С в течение 1 ч, взвешивают, растирают в тигле стеклянной палочкой до состояния «пудры» и переносят шпателем на предварительно взвешенную подложку для измерения активности

^{226}Ra. Смачивают перенесенный на подложку осадок несколькими каплями этилового спирта, с помощью стеклянной палочки равномерно распределяют и уплотняют на подложке, затем высушивают под инфракрасной лампой. Высушенный осадок взвешивают (вместе с подложкой) для определения массы полученного образца. Через 4 ч после прокаливания проводят измерение полученных образцов на УМФ-2000. Вычисляют скорость счета импульсов от счетных образцов по альфа-каналу. Допустимо расхождение в значениях скорости счета импульсов от приготовленных образцов не более 5 %. Скорость счета импульсов от ^{226}Ra берется как среднее значение данной величины от 5 приготовленных образцов.

Рассчитывают коэффициент связи ($K_{Ra\text{-}226}$) между активностью и скоростью счета импульсов от излучения ^{226}Ra в толстослойном образце по формуле:

$$K_{Ra-226} = \frac{A_{Ra-226}}{n} \quad \text{(Бк/мг)/(имп/мин), где} \quad (1)$$

$A_{Ra\text{-}226}$ – массовая активность толстослойного градуировочного образца ($BaSO_4$), приготовленного из отобранной аликвоты эталонного раствора, Бк/мг;

n – средняя скорость счета от серии приготовленных толстослойных образцов $BaSO_4$, имп/мин.

Полученный коэффициент связи между активностью и скоростью счета импульсов от излучения ^{226}Ra в счетных образцах используется только для расчетов активности альфа-излучения толстослойных образцов, измеренных в идентичных условиях:

– калибровочные и счетные образцы, приготовленные для измерения, должны иметь одинаковые размеры;

– геометрия измерения указанных образцов должна быть одинаковой.

При изменении условий измерения, например при использовании подложек иной площади, процедуру калибровки повторяют, применяя для приготовления счетных образцов соответствующие подложки.

Приготовленный эталон можно использовать для проверки коэффициента связи в течение длительного времени. По прошествии 36 суток от его первичного измерения значение коэффициента связи рассчитывают по формуле:

$$K_{Ra-226} = \frac{A_{Ra-226} \cdot 4}{n} \quad \text{(Бк/мг)/(имп/мин)} \quad (2)$$

Расчет коэффициента связи для ^{224}Ra проводят по коэффициенту для ^{226}Ra, определенному согласно прилож. 5, учитывая несоответствие их энергетических спектров по формуле:

$$K_{Ra-224} = 0{,}77 \cdot K_{Ra-226} \quad \text{(Бк/мг)/(имп/мин)} \qquad (3)$$

3. Градуировка альфа-бета-радиометра для измерения активности ^{210}Po и ^{210}Bi (^{210}Pb)

Градуировка альфа-бета-радиометра для измерения тонкослойных препаратов ^{210}Po и ^{210}Bi(^{210}Pb) производится с помощью контрольного образца сравнения, в качестве которого используют диск из нержавеющей стали диаметром 34 мм и площадью 5 см^2, на который методом электролитического осаждения нанесены эталонные растворы указанных радионуклидов.

Измерение активности радионуклидов ^{210}Po, ^{210}Bi, ^{210}Pb в контрольном образце сравнения проводится в соответствии с п. 13.5.

Коэффициент связи (K_{Po-210}) между альфа-активностью ^{210}Po в контрольном образце сравнения и скоростью счета импульсов от альфа-излучения ^{210}Po в этом образце (Бк/(имп/мин) определяют по формуле:

$$K_{Po-210} = \frac{A_{Po-210}}{n} \text{ Бк/(имп/мин), где} \qquad (4)$$

A_{Po-210} – активность ^{210}Po в контрольном образце сравнения, Бк;

n – скорость счета импульсов за вычетом скорости счета фона, имп/мин.

Коэффициент связи (K_{Bi-210}) между бета-активностью ^{210}Bi в контрольном образце сравнения и скоростью счета импульсов от бета-излучения ^{210}Bi в этом образце определяют по формуле:

$$K_{Bi-210} = \frac{A_{Bi-210}}{n} \quad \text{Бк/(имп/мин), где} \qquad (5)$$

A_{Bi-210} – активность ^{210}Bi в контрольном образце сравнения, Бк;

n – скорость счета импульсов за вычетом скорости счета фона, имп/мин.

4. Градуировка альфа-бета-радиометра для измерения активности бета-излучающих радионуклидов: ^{40}K, ^{137}Cs, $^{90}Sr(^{90}Y)$, $^{228}Ra(^{228}Ac)$, $^{234}Th(^{234}Pa)$ и суммарной бета-активности

4.1. 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. Активность ^{40}K в приготовленных счетных образцах измеряют в соответствии с п. 13.10.

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

$$K_{KCl} = \frac{0{,}0143 \cdot m}{n_{KCl}} \quad \text{Бк/(имп/мин), где} \qquad (6)$$

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).

Примечание. 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 (Кх):

$$K_x = K_{KCl} \cdot \frac{P_{c,KCl} \cdot P_{n,KCl}}{P_{c_x} \cdot P_{n_x}} \quad \text{Бк/(имп/мин)} \qquad (7)$$

Коэффициент самопоглощения (P_c) определяют по формуле:

$$P_c = \left[1 - \exp\left(-0{,}693 \cdot d/\Delta_{1/2}\right)\right] \cdot \frac{\Delta_{1/2}}{0{,}693 \cdot d} \quad \text{Бк/(имп/мин), где} \qquad (8)$$

d – толщина слоя препарата на подложке, мг/см^2;

$\Delta_{1/2}$ – слой половинного ослабления бета-частиц, мг/см².

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

$$P_n = \exp\left(-0{,}693 \cdot h/\Delta_{1/2}\right), \text{ где} \qquad (9)$$

h – толщина материала окошка счетчика, мг/см².

4.2. Для приготовления калибровочных образцов $^{90}Sr(^{90}Y)$ используется эталонный раствор радионуклидов $^{90}Sr(^{90}Y)$ удельной объемной активностью 10—100 Бк/см³. 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 муфеле при температуре 800—900 °С до получения окиси иттрия Y_2O_3. Полученный осадок наносят равномерным слоем на предварительно взвешенную подложку, взвешивают осадок вместе с подложкой для определения массы полученного образца. Таким образом, готовят 10—15 образцов с разной массой для измерения активности ^{90}Sr по его дочернему радионуклиду ^{90}Y. Активность ^{90}Y в приготовленном счетном образце измеряют в соответствии с п. 13.8.

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

$$K_{Y-90} = \frac{A_{Y-90}}{n \cdot e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t}} \text{ (Бк)/(имп/мин), где} \qquad (10)$$

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. 6).

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

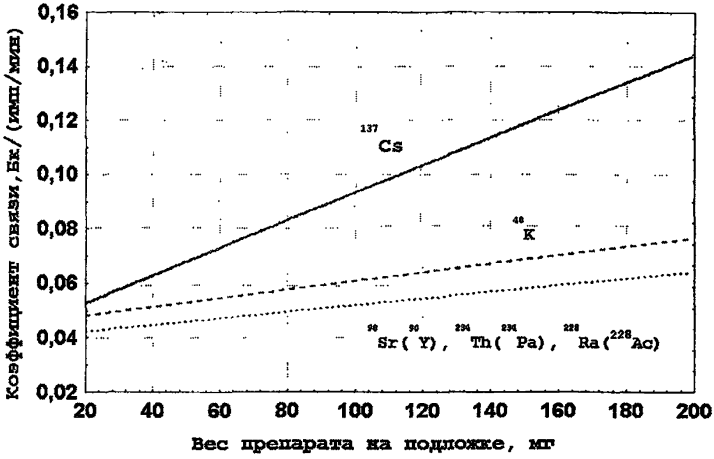


Рис. 1. Зависимость коэффициентов связи между скоростью счета импульсов от бета-излучения толстослойных препаратов радионуклидов и их активностью от массы счетного образца на подложке площадью 2,5 см^2

4.3. Для приготовления калибровочных образцов ^{137}Cs используют эталонный раствор радионуклида ^{137}Cs удельной 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 раствор стеклянной палочкой до образования красного осадка. Осадок выдерживают в течение 1,5—2,0 ч (можно на ледяной бане). Отстоявшийся осадок $Cs_3Sb_2I_9$ фильтруют, промывают 3—4 раза ледяной уксусной кислотой (до осветления промывных вод), затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты и высушивают. Высушенный осадок наносят равномерным слоем на предварительно взвешенную подложку, взвешивают осадок вместе с подложкой для определения массы полученного образца. Таким образом готовят 10—15 образцов с разной массой для измерения

активности ^{137}Cs. Активность ^{137}Cs в приготовленных счетных образцах измеряют в соответствии с п. 13.9.

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

$$K_{Cs-137} = \frac{A_{Cs-137}}{n} \quad \text{(Бк)/(имп/мин), где} \qquad (11)$$

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

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

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

4.4. Для бета-излучающих радионуклидов – ^{228}Ac, находящегося в радиоактивном равновесии с ^{228}Ra, и ^{234}Pa, находящегося в радиоактивном равновесии с ^{234}Th, можно использовать значения коэффициентов связи между скоростью счета импульсов и активностью радионуклидов, полученные для ^{90}Y, так как максимальные энергии бета-излучения указанных радионуклидов различаются незначительно (^{234}Pa – 2 300 кэВ, ^{228}Ac – 2 089 кэВ, ^{90}Y – 2 274 кэВ).

Приложение 6
(справочное)

Схемы радиохимического определения удельной активности радионуклидов в воде

Схема радиохимического определения удельной активности ^{224}Ra, ^{226}Ra, ^{228}Ra, ^{234}U, ^{238}U, ^{210}Po, ^{210}Pb, ^{210}Bi, ^{228}Th, ^{230}Th, ^{232}Th в воде

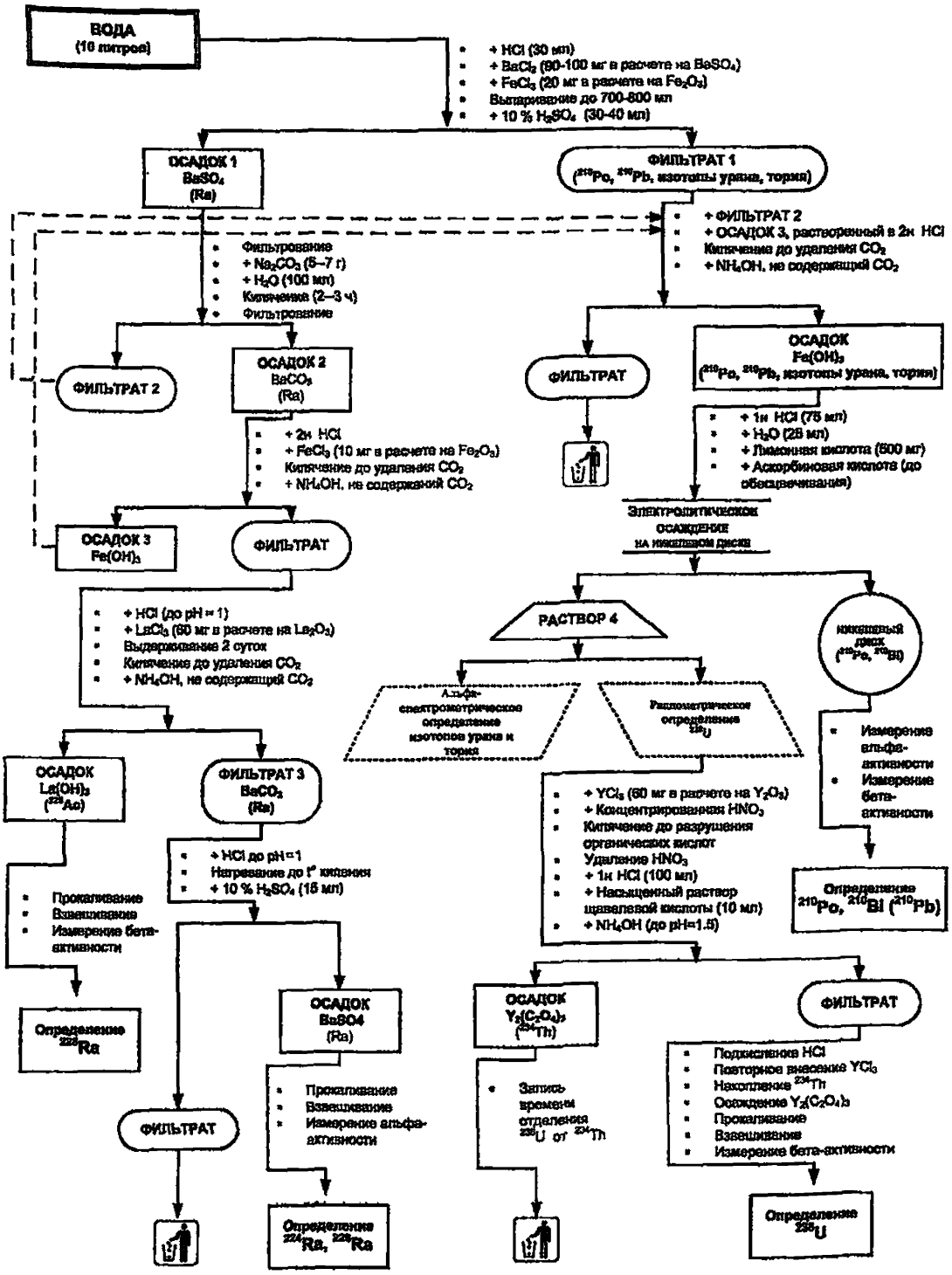
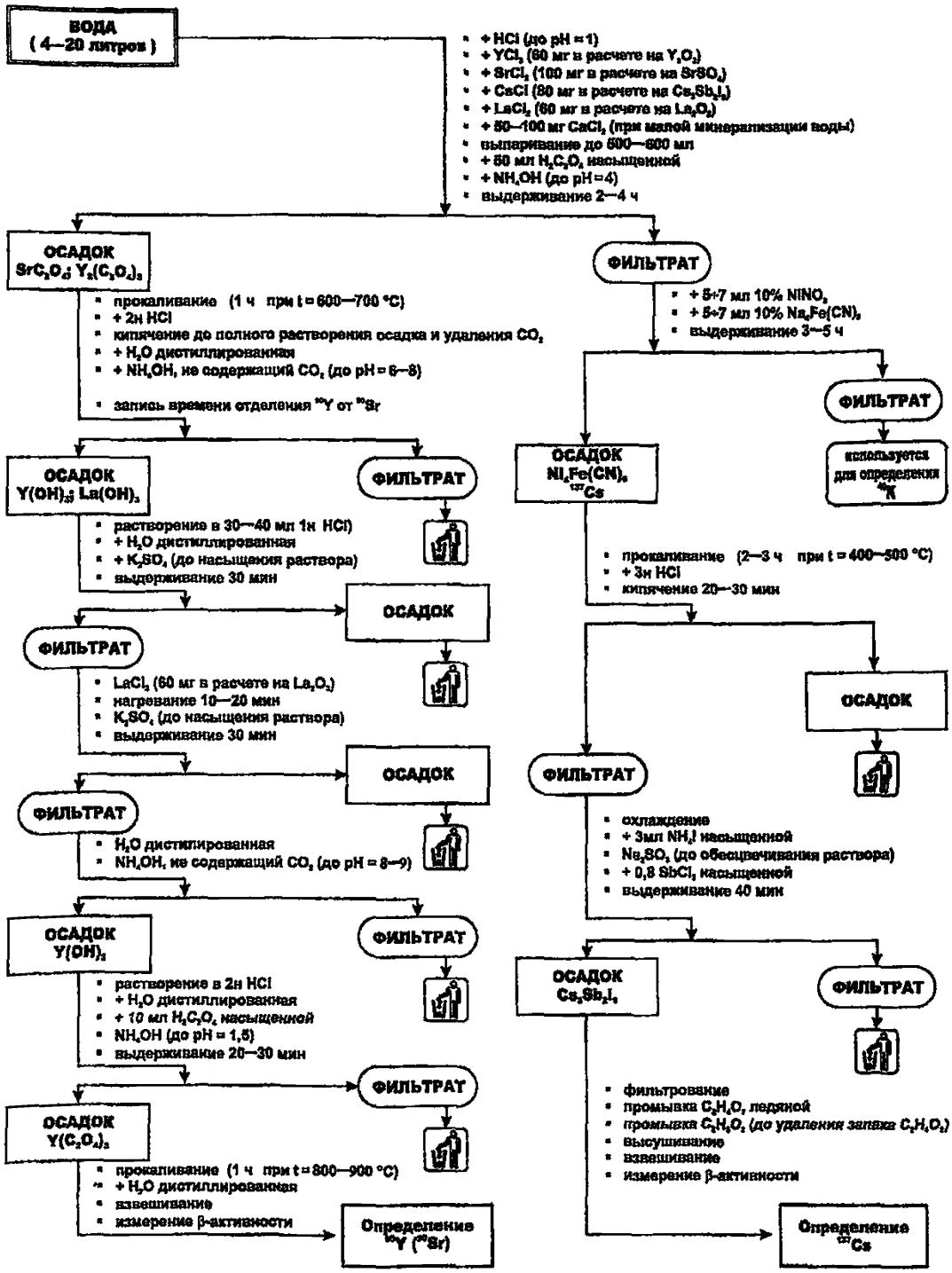


Схема радиохимического определения удельной активности ^{90}Sr и ^{137}Cs в воде



Приложение 7

Перечень
методик радиационного контроля питьевой воды

1. Отбор и подготовка проб питьевой воды для определения показателей радиационной безопасности. Методические рекомендации, утв. Роспотребнадзором от 27.12.2007 № 0100/13609-07-34.

2. МУ 2.6.1.1981—05 «Радиационный контроль и гигиеническая оценка источников питьевого водоснабжения и питьевой воды по показателям радиационной безопасности».

3. ГОСТ Р 51730—2001 «Вода питьевая. Метод определения суммарной удельной активности радионуклидов».

4. Суммарная активность альфа- и бета-излучающих радионуклидов в природных водах (пресных и минерализованных). Подготовка проб и измерения. Методические рекомендации. Москва: ВИМС, 2009. Утв. ЦМИИ ФГУП ВНИИФТРИ Ростехрегулирование, 2009.

5. Методика выполнения измерений объемной активности полония-210 и свинца-210 в природных водах альфа-бета-радиометрическим методом с радиохимической подготовкой. Свидетельство ЦМИИ ГНМЦ ВНИИФТРИ Госстандарта РФ № 49090.3Н618 от 18.12.2003; Свидетельство НСАМ № 396-ЯФ, Москва, ВИМС, 2001—2003.

6. Методика выполнения измерений объемной активности изотопов урана (234,238) в природных водах с минерализацией до 5 г/дм^3 альфа-спектрометрическим методом с радиохимической подготовкой. Свидетельство ЦМИИ ГНМЦ ВНИИФТРИ Госстандарта РФ № 49090.3Н628 от 18.12.2003. Свидетельство НСАМ № 381-ЯФ, Москва, ВИМС, 2003.

7. Методика выполнения измерений объемной активности изотопов тория (232, 230, 228) в природных водах с минерализацией до 5 г/дм^3 альфа-спектрометрическим методом с радиохимической подготовкой. Свидетельство ЦМИИ ГНМЦ ВНИИФТРИ Госстандарта РФ № 49090.3Н625 от 18.12.2003. Свидетельство НСАМ № 461-ЯФ, Москва, ФГУП ВИМС, 2003.

8. Методика выполнения измерений объемной активности изотопов радия (226,228) в пробах природных вод с минерализацией до 5 г/дм^3 альфа-бета-радиометрическим методом с радиохимической подготовкой. Свидетельство ЦМИИ ГНМЦ ВНИИФТРИ Госстандарта РФ № 40090.6Б327 от 28.02.2006, Москва, ВИМС, 2000.

9. Методика радиохимического приготовления счетных образцов из проб питьевой воды для измерения активности Po-210, об-

щей альфа-активности (без Po-210) и общей бета-активности (без K-40) на радиологическом комплексе с программным обеспечением «Прогресс». Свидетельство об аттестации методики ФГУП ВНИИФТРИ № 42090.6В525 от 27.03.2006.

10. Методика приготовления счетных образцов из проб питьевой воды для измерения активности ЕРН с использованием радиологического комплекса с программным обеспечением «Прогресс». Свидетельство об аттестации методики ФГУП ВНИИФТРИ № 42090.6В524 от 27.03.2006.

11. Методика выполнения измерений объемной активности изотопов плутония (239+240, 238) в природных водах с минерализацией до 5 г/дм^3 альфа-спектрометрическим методом с радиохимической подготовкой. Свидетельство ЦМИИ ГНМЦ ВНИИФТРИ Госстандарта РФ № 49090.3Н622 от 18.12.2003. Свидетельство НСАМ № 407-ЯФ, Москва, ВИМС, 1999.

12. Методические рекомендации по определению естественных изотопов: радия-224, свинца-210, тория-232, урана-238, радия-226 в пробах питьевой воды, почвы и золы растений. МР ЛНИИРГ МЗ РСФСР. Л., 1978.

13. 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.

14. Методика выполнения измерений удельной активности радионуклидов ^{238}U, ^{234}U, ^{232}Th, ^{230}Th, ^{228}Th, ^{228}Ra, ^{226}Ra, ^{224}Ra, ^{210}Pb, ^{210}Po, ^{40}K, ^{137}Cs, ^{90}Sr и суммарной удельной активности альфа-, бета-излучающих радионуклидов в воде с применением альфа-бета-радиометра и альфа-спектрометра. Разработана ФГУН НИИРГ имени профессора П. В. Рамзаева Роспотребнадзора. Свидетельство ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» Федерального государственного агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 октября 2007 г. № 1212/07.

15. Методика выполнения измерений удельной активности радионуклидов уран-234, уран-238 в воде с применением полупроводникового альфа-спетрометра в воде. Разработана ФГУН НИИРГ имени профессора П. В. Рамзаева Роспотребнадзора. Свидетельство ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» Федерального государственного агентства по техническому регулированию и метрологии № 207/08 от 29 февраля 2008 г.

Приложение 8
(рекомендуемое)

Информация,
которая должна быть отражена в протоколе испытаний

Название организации

Аккредитованный испытательный лабораторный центр
(испытательная лаборатория)

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

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

Протокол
лабораторных исследований питьевой воды
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
и фактический адрес): _____

_____
(артезианская скважина, водопровод, партия воды,
расфасованной в емкости и т. д.)

общее количество страниц ____: страница 1

Для воды, расфасованной в емкости, указать:

Изготовитель (наименование, фактический адрес _____

_____

(страна, регион и т. д.)

Дата изготовления _____

Номер партии _____

Объем партии _____

Тара, упаковка _____

НД на методику отбора _____

Условия транспортирования_____

Условия хранения _____

Дополнительные сведения _____

Средства измерений

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

Нормативно-методическая документация

(название, номер и дата утверждения, кем утверждена)

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 2.6.1.2800—10 «Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения». М., 2011. 40 с.

общее количество страниц ____: страница 2

4. МУ 2.6.1.1981—05 «Радиационный контроль и гигиеническая оценка источников питьевого водоснабжения и питьевой воды по показателям радиационной безопасности. Оптимизация защитных мероприятий источников питьевого водоснабжения с повышенным содержанием радионуклидов».

5. СанПиН 2.1.4.1074—01 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества».

6. СанПиН 2.1.4.1116—02 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в емкости. Контроль качества».

7. Методика выполнения измерений (название, номер и дата утверждения, кем утверждена).

Дата проведения измерений: «____»_____ 201_ г.

Результаты измерений

№ п/п	Определяемый показатель	Результат измерения	Неопределенность измерения	Гигиенический критерий (КУ, УВ)	Единицы измерения
	A_α			0,2	Бк/кг
	A_β			1,0	Бк/кг
	^{210}Po			0,11	Бк/кг
	...				Бк/кг
	$\Sigma(Ai/УВi)^*$			1,0	–
* При проведении полного радионуклидного анализа					

Заключение:_____

_____

Исследования проводили:

_____	_____	_____
(Должность)	(Ф., И., О.)	(Подпись)
Заведующий лабораторией	(Ф., И., О.)	(Подпись)

общее количество страниц ____: страница 3

Список использованной литературы

1. Сапожников Ю. А., Алиев Р. А., Калмыков С. Н. Радиоактивность окружающей среды. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2006. 286 с.: ил. (Методы в химии).

2. Аналитическая химия урана / Главный редактор А. Н. Виноградов. М.: Академия наук СССР, 1962. 430 с.

3. Вдовенко В. М., Дубасов Ю. В. Аналитическая химия радия. Л.: Наука, 1973. 189 с.

4. 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.

5. Краткий справочник химика / Под ред. Б. В. Некрасова. М.: Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1954. 559 с.

6. Самуэльсон О. О. Ионообменные разделения в аналитической химии. М.-Л.: Химия, 1966.

7. Жидкостная колоночная хромотография / Под ред. З. Дейла. М.: Мир, 1978. Т. 1.

Радиационный контроль питьевой воды методами радиохимического анализа

Методические рекомендации
МР 2.6.1.0064—12

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор А. А. Григорьев
Подписано в печать 28.01.13
Формат 60 × 88/16 Печ. л. 4,75
Тираж 200 экз. Заказ 7
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 (495) 952-50-89

gost.e-ecolog.ru