ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

**ВОДА ПИТЬЕВАЯ**

**Метод определения содержания радия-226**

Drinking water.
Methods of determination of Radij-226 Content

# ГОСТ 18912—73

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 21 июня 1973 г. № 1529 срок введения установлен**

**с 01.07.74**

**Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок действия продлен**

**до 01.01.85**

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает эманационный метод определения содержания радия-226. Метод основан на определении радия в количественном выделении радона из раствора, содержащего изотопы радия, и радиометрического измерения активности радона и продуктов его распада на лабораторном альфа-радиометре «Альфа-1».

Чувствительность метода — $5 \cdot 10^{-13}$ Ки/л.

## 1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 4979—49.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания радия-226 должен быть не менее 1 л.

1.3. Для предупреждения соосаждения радиоизотопов на стенках станков пробу воды подкисляют азотной кислотой до кислой реакции по метилоранжу.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Лабораторный альфа-радиометр «Альфа-1».
Печь муфельная с терморегулятором до 900°С.
Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80.
Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.
Насос водоструйный.

**Издание официальное** ★ **Перепечатка воспрещена**



gost.e-ecolog.ru

Барботеры объемом 75 и 180 мл.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Колбы для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 23932—79, ГОСТ 25336—82.

Колбы Фаворского стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250, 500, 1000 мл.

Посуда лабораторная фарфоровая по ГОСТ 9147—80.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Насос форвакуумный.

Манометр ртутный.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

Силикагель по ГОСТ 3956—76.

Известь натронная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление 10 и 2%-ного растворов углекислого натрия.

10%-ный раствор: 10 г натрия углекислого безводного растворяют в 90 мл дистиллированной воды.

2%-ный раствор: 2 г натрия углекислого безводного растворяют в 98 мл дистиллированной воды.

3.2. Калибровка прибора.

Калибровкой устанавливается соотношение между количеством радия в барбаторе и скоростью счета импульсов, вызываемых альфа-излучением переведенного в камеру радона и его дочерних продуктов. Калибровку производят с помощью эталонного раствора радия с содержанием $n \cdot 10^{-11}$—$n \cdot 10^{-9}$ г радия. Порядок заполнения и измерения камер такой же, как при проведении измерений проб.

Калибровочную постоянную (К) прибора в Ки (имп) мин определяют по формуле

$$K = \frac{Q\,(1 - l^{-\lambda t})}{N - N_{\Phi}},$$

где $Q$ — количество радия в эталоне;

$t$ — время накопления радона в барботере, с;

$\lambda$ — константа распада радона;

$N$ — скорость счета, имп/мин;

$N_{\Phi}$ — скорость счета фона камеры, имп/мин.

Калибровочная постоянная для прибора «Альфа-1» находится в пределах $(3—5) \cdot 10^{-13}$ Ки (имп) мин.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В исследуемую пробу воды объемом не менее 1 л добавляют 100 мг раствора $BaCl_2$, и нагревают. После чего осаждают Ba (Ra)$CO_3$ 10%-ным раствором углекислого натрия до полного осаждения. Отстоявшийся осадок фильтруют под вакуумом через бумажный фильтр «синяя лента», промывают 2%-ным раствором углекислого натрия и растворяют на фильтре горячим раствором соляной кислоты (1 : 1) в стакане объемом 250 мл. Полученный раствор помещают в барботер.

Барботер продувают и запаивают. Время и дату запайки записывают. Измерение радона производят через 7—12 суток в зависимости от содержания радия в пробе на альфа-радиометре «Альфа-1», в комплект которого входят 20 сцинтилляционных камер. Объем камеры 0,025 л. Перед наполнением камер измеряют их фон, который обычно составляет 1—2 имп/мин и повышается до 3—5 имп/мин в процессе их эксплуатации. Если фон камер превышает 5 имп/мин, камеру очищают.

После измерения фона камера поступает на откачку и заполнение радоном. Камера откачивается форвакуумным насосом до давления $10^{-1}$—$10^{-2}$ мм рт. ст., которое контролируется вакуумметром или ртутным манометром.

Камеру заполняют радоном с помощью следующих приемов.

*Для барботеров объемом 75* мл *и объемом раствора 40* мл. К верхней трубке камеры резиновым шлангом подсоединяют трубку-осушитель, заполненную наполовину селикагелем и наполовину натронной известью. К другому концу трубки-осушителя подсоединяют горизонтальный конец запаянного барботера. Конец барботера, ведущий к камере, обламывают (под резиной) и медленно приоткрывают кран камеры. Когда давление в барботере и камере уравнивается, кран камеры закрывают, обламывают верхний конец барботера и вновь приоткрывают кран. Скорость тока воздуха устанавливается такой, чтобы можно было считать пузырьки, проходящие через раствор. Прохождение пузырьков длится до тех пор, пока давление в камере не сравняется с атмосферным. В общей сложности воздух пропускают 10—15 мин, после чего кран камеры закрывают, барботер отсоединяют и записывают время. Заполненную радоном камеру выдерживают 2,5—3 ч для установления радиоактивного равновесия между радоном и его дочерними продуктами. После чего камера поступает на измерение.

*Для барботеров объемом 180* мл *и объемом раствора 100* мл. При анализе раствора объемом 100 мл в большом барботере перевод радона из барботера в камеру усложняется: перед введением радона запаянный барботер с раствором встряхивают в течение 20—30 с, после чего барботер подсоединяют к камере че-

рез осушитель. Когда в камере и барботере давление сравняется, кран камеры закрывают. На верхний конец барботера надевают короткую резиновую трубку с зажимом и у барботера отламывают верхний запаянный конец, затем осторожно вводят воздух и зажим закрывают. Не отсоединяя барботер от камеры, выпускают радон из барботера вплоть до выравнивания давления. После этого, закрыв кран камеры и открыв верхний зажим у барботера, все повторяют сначала.

Такое поочередное встряхивание и перевод радона в эманационную камеру и впуск новой порции воздуха в барботер повторяют 4—6 раз. Затем, если в камере еще осталось разрежение, можно впустить в нее через барботер непрерывную струю воздуха до полного заполнения камеры. Вся операция переведения радона из барботера в эманационную камеру занимает 10—15 мин.

Продолжительность измерения радона определяется уровнем скорости счета в соответствии с таблицей.

| Скорость счета, имп/мин | Продолжительность измерения, мин | |
|---|---|---|
| | Проба | Фон |
| До 30 | 20 | 10 |
| 30 | 10 | 10 |

После измерения эманационные камеры продуваются чистым воздухом. Продувание производится с помощью воздуходувки или форвакуумного насоса в течение нескольких часов.

Продуваемые камеры можно соединить последовательно по несколько штук, на вход последней камеры обязательно подсоединяется осушитель. Фон камер после продувания измеряют не ранее чем через 3—4 ч.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание радия (А) в Ки/л в воде определяют с точностью определения ±30% по формуле

$$A = \frac{K(N - N_{\Phi})}{(1 - l^{-\lambda t})V},$$

где $K$ — калибровочная постоянная;

$N$ — скорость счета пробы, имп/мин;

$N_{\Phi}$ — скорость счета фона камеры, имп/мин;

$\lambda$ — константа распада радона;

$t$ — время накопления радона в барботере, мин;

$V$ — объем воды, взятый для анализа, мл.

gost.e-ecolog.ru