ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54041— 2010

ПОЧВЫ

Метод определения ^{90}Sr

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Российский государственный аграрный университет — МСХА имени К.А. Тимирязева» (ФГОУ ВПО «РГАУ — МСХА имени К.А. Тимирязева») и Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт агрохимии имени Д.Н. Прянишникова» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИА» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 25 «Качество почв и грунтов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 655-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы . . . 3
6 Подготовка к выполнению анализов . . . 4
7 Определение ^{90}Sr по активности дочернего ^{90}Y оксалатным методом . . . 7
8 Ускоренный экстракционный метод определения активности ^{90}Sr по активности дочернего ^{90}Y . . . 9
9 Обработка результатов, определение радиохимической чистоты препарата ^{90}Y, расчет активности ^{90}Sr . . . 10
10 Точность и прецизионность результатов измерений . . . 11
11 Требования безопасности и квалификация персонала . . . 11
Библиография . . . 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОЧВЫ

Метод определения ^{90}Sr

Soils. Method of ^{90}Sr determination

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на почвы сельскохозяйственных угодий (далее — почвы) и устанавливает определение содержания ^{90}Sr радиохимическим методом.

Диапазон измерения содержания ^{90}Sr от 0,1 кБк/м^2 (0,0025 Ки/км^2). Верхний предел обнаружений не ограничен.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 53091—2008 (ИСО 10381-3:2001) Качество почвы. Отбор проб. Часть 3. Руководство по безопасности

ГОСТ Р 53123—2008 (ИСО 10381-5:2005) Качество почвы. Отбор проб. Часть 5. Руководство по изучению городских и промышленных участков на предмет загрязнения почвы

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 17.4.3.01—83 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117—78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3763—76 Реактивы. Аммоний двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 3770—75 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

Издание официальное

ГОСТ 5429—74 Реактивы. Стронций азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 5712—78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25828—83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия
ГОСТ 27451—87 Средства измерений ионизирующих излучений. Общие технические условия
ГОСТ 28168—89 Почвы. Отбор проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **стронций-90 (^{90}Sr):** Радионуклид бета-излучатель с энергией излучения 0,55 МэВ, периодом полураспада 29 лет.

3.2 **иттрий-90 (^{90}Y):** Радионуклид бета-излучатель, продукт распада ^{90}Sr с энергией излучения 2,27 МэВ, периодом полураспада — 64 ч.

Примечание — В состоянии равновесия активность стронция равна активности иттрия.

3.3 **радиохимия:** Раздел химии, в котором используют химические методы для разделения радиоизотопов и работы с ними.

3.4 **изотопный носитель радионуклида:** Тот же элемент природного изотопного состава, что и радионуклид, вводимый в анализируемый объект для создания концентрации данного элемента, достаточный для его химического выделения в чистом виде и определения потерь радионуклида в ходе анализа.

4 Сущность метода

Определение активности ^{90}Sr проводят оксалатным или ускоренным экстракционным радиохимическими методами, основанными на определении активности дочернего ^{90}Y путем их совместной экстракции из почвы.

Оксалатный метод, на выполнение которого затрачивается не менее двух недель, требует установления радиоактивного равновесия между ^{90}Sr и ^{90}Y.

Ускоренный экстракционный метод, на выполнение которого уходит один-два дня, не требует установления радиоактивного равновесия. Метод применяют как при контроле «старых» загрязнений, так и в случае возникновения чрезвычайных ситуаций, когда необходимо быстрое получение информации о радиоактивном загрязнении.

Выход стабильных изотопных носителей ^{90}Sr и ^{90}Y определяют в растворах методами атомно-абсорбционной спектроскопии, кондуктивно-плазменной спектроскопии, фотометрии пламени или гравиметрически.

Активность выделенных препаратов определяют на β-радиометре или жидкостном сцинтилляционном β-спектрометре.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

β-радиометр или спектрометр с газоразрядным или сцинтилляционным счетчиком с диапазоном измерения от 5 Бк с пределом допускаемой основной погрешности 10 %.

Дозиметры любого типа, позволяющие регистрировать колебания мощности дозы внешнего облучения в полевых условиях не ниже ± 0,1 мкЗв/ч по ГОСТ 27451.

Весы лабораторные среднего класса точности с пределом допустимой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 1,0 мг по ГОСТ Р 53228.

pH-метр.

Термостат суховоздушный или жидкостной, обеспечивающий поддержание заданной температуры при 100 °С — 120 °С.

Печь муфельная электрическая, обеспечивающая поддержание температуры 400 °С — 800 °С.

Электронагреватель с закрытым нагревательным элементом.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Сита почвенные с ячейками диаметром 2 мм.

Устройство для фильтрования под разрежением с воронкой Бюхнера по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Тигли по ГОСТ 9147.

5.1 Реактивы, необходимые для выполнения анализа оксалатным методом

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Соль иттрия водно-растворимая, х. ч., или металлический порошок иттрия, х. ч. (для использования в качестве носителей).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная массовой долей 60 % по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х. ч.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712, ч. д. а.

Аммония карбонат по ГОСТ 3770, х. ч.

Аммония ацетат по ГОСТ 3117, ч. д. а.

Аммония бихромат по ГОСТ 3763, ч. д. а.

Аммония гидроксид по ГОСТ 3760, ч. д. а.

Бария хлорид по ГОСТ 4108, х. ч.

Водорода пероксид массовой долей 30 % — 35 % по ГОСТ 10929, х. ч.

Железа (III) хлорид по ГОСТ 4147, ч. д. а.

Этанол ректификат по ГОСТ 18300, х. ч.

Стронция нитрат по ГОСТ 5429, ч. д. а.

Метиловый оранжевый индикатор по ГОСТ 4919.1.

5.2 Реактивы, необходимые для выполнения анализа ускоренным экстракционным методом

н-гептан по ГОСТ 25828, х. ч.

Толуол по ГОСТ 5789, х. ч.

DEPHA (ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота, 95 % $C_{16}H_{35}O_4P$ для приготовления реактива HDEHP).

Примечание — Для приготовления реактива HDEHP берут 145 см^3 DEPHA и растворяют в 855 см^3 гептана*.

Aliquat 336 (метилтриоктил аммоний хлорид $C_{25}H_{54}ClN$ для приготовления реактива TOMA).

Примечание — Для приготовления реактива TOMA берут 333 см^3 Aliquat 336 и растворяют в 666 см^3 толуола.

5.3 Все применяемые средства измерений должны быть внесены в Государственный реестр средств измерений и иметь действующие свидетельства о поверке, а вспомогательное оборудование должно быть проверено на работоспособность.

---

* Пригодность реактивов проверяют смешиванием равных объемов реактива HDEHP и дистиллированной воды. При этом значение pH должно быть более 3.

5.4 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных выше.

6 Подготовка к выполнению анализов

6.1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ Р 53091, ГОСТ Р 53123, ГОСТ 17.4.3.01 и ГОСТ 28168 со следующим дополнением.

Пробы почвы отбирают до начала весенних полевых работ или непосредственно перед уборкой урожая.

Отбор проб проводят таким образом, чтобы максимально охватить территорию с различными значениями плотности загрязнения, основные типы угодий, типы и подтипы почв, элементы рельефа.

Перед отбором проб на обследуемом участке проводят измерение мощности доз внешнего облучения на высоте 1 м и 3—4 см над поверхностью почвы на равномерно распределенных по площади участка точках. Количество точек для определения мощности доз внешнего облучения дано в таблице 1.

Таблица 1 — Оценка площади участка для получения одного смешанного образца и количество точек для определения мощности дозы внешнего облучения в полевых условиях на данном участке в зависимости от уровня загрязнения

Предполагаемая плотность загрязнения ^{90}Sr, кБк/м^2 (~ Ки/км^2)	Максимальная площадь участка для получения одного смешанного образца, га	Количество точек на участке для определения мощности дозы внешнего облучения, шт.
До 10 (~ 0,3)	300	40
10—40 (~ 0,3—1)	200	30
40—120 (~ 1—3)	100	20
Более 120 (~ более 3)	50	10

В случае обнаружения загрязнения участок характеризуют дополнительными измерениями. Результаты измерений записывают в журнале, паспорте и сопроводительном талоне.

Каждую пробу для анализа, отобранную на участке, составляют из 10 или большего числа мгновенных проб. Объем каждой пробы составляет 1 дм^3. Все пробы, отобранные на участке, объединяют и методом квартования из всей массы мгновенных проб составляют объединенную пробу почвы массой не менее 2 кг.

Отобранную пробу помещают в двойной полиэтиленовый мешок и заворачивают в плотную бумагу. Между полиэтиленовым мешком и бумагой вкладывают паспорт, в котором указывают место взятия пробы (координаты), тип растительного покрова, тип почвы, горизонт или глубину взятия пробы, дату, подпись лица, проводившего отбор проб. На бумагу, в которую завернута проба, наносят номер пробы и данные паспорта, указывают административный район.

Результаты измерений представляют в Бк/кг абсолютно сухой почвы и кБк/м^2. Для расчета второй величины берут образец почвы ненарушенного сложения известного объема с помощью режущих колец в трех повторностях и определяют объемную массу почвы (ОМ) в г/см^3. Также указывают мощность пахотного горизонта h в сантиметрах, измеренную в трех повторностях.

6.2 Подготовка проб к анализу

6.2.1 Прокаливание почвы

Пахотные торфяные почвы перед анализом прокаливают для удаления органического вещества. Объединенную пробу в тарированной фарфоровой чашке помещают в холодную муфельную печь, постепенно доводят температуру до 800 °С и прокаливают в течение 2 ч.

Анализ проводят с остывшей прокаленной объединенной пробой.

6.2.2 Объединенную пробу массой 2 кг высушивают до воздушно-сухого состояния, взвешивают, измельчают на мельнице и просеивают через сито с отверстиями диаметром 2 мм.

Методом квартования отбирают лабораторную пробу массой 50—100 г.

После равномерного перемешивания лабораторной пробы из нее отбирают анализируемую пробу для радиохимического анализа. Масса анализируемой пробы зависит от предполагаемого уровня

загрязнения почвы и чувствительности радиометрической и/или спектрометрической аппаратуры. Масса почвенной пробы, оцененная по этим критериям, не должна быть ниже значений, представленных в таблице 2.

Таблица 2 — Минимальные значения воздушно-сухой массы анализируемой почвенной пробы в зависимости от предполагаемого уровня загрязнения территории и чувствительности аппаратуры

В граммах

Предполагаемый уровень загрязнения ^{90}Sr, кБк/м^2	Минимальная определяемая активность в пробе, Бк					
	< 0,1	0,1—0,3	0,3—0,6	0,6—1,0	1,0—2,0	2,0—5,0
< 2	15	30	60	100	200	500
2—4	10	20	40	70	140	350
4—10	5	10	20	30	60	150
10—20	3	6	10	15	30	75
20—40	1	2	4	6	10	25
40—80	0,5	1	3	4	8	20
> 80*	0,3	1	2	3	6	15
* При загрязнениях более 250 кБк/м^2 навеску следует уменьшить в три раза.						

Если результаты измерений различаются более чем в 1,5 раза от среднего значения, то повторяют перемешивание и квартование.

6.2.3 Определение гигроскопической влажности

Отдельно в предварительно взвешенные стеклянные бюксы отбирают пробы почвы массой 2—3 г в трех повторностях и высушивают в сушильном шкафу в течение 5 ч при температуре 100 °С — 105 °С.

Массовую долю гигроскопической влажности $W_г$, %, рассчитывают по формуле

$$W_г = \frac{(m_{вс} - m_{ас})100}{m_{ас}}, \quad (1)$$

где $m_{вс}$ и $m_{ас}$ — навески воздушно-сухой и абсолютно сухой почвы соответственно.

Пересчет навески воздушно-сухой почвы, взятой для анализа, на абсолютно сухую $M_{ас}$ проводят по формуле

$$M_{ас} = \frac{M_{вс}(100 - W_г)}{100}, \quad (2)$$

где $M_{вс}$ — масса воздушно-сухой почвы, взятой для анализа.

6.3 Приготовление растворов

6.3.1 Приготовление растворов соляной кислоты

Для приготовления растворов соляной кислоты молярной концентрацией 1, 2, 6, 9 моль/дм^3 берут соответственно 91, 182, 546, 819 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,17 г/см^3 и разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 до метки.

Срок хранения растворов в емкостях с притертой пробкой —1 год.

6.3.2 Приготовление насыщенного раствора щавелевой кислоты

100 г кристаллической щавелевой кислоты растворяют в 900 см^3 дистиллированной воды при слабом нагревании.

Срок хранения в емкости с темным стеклом и притертой пробкой — не более 1 мес.

6.3.3 Приготовление 2 %-ного раствора щавелевой кислоты

20 г кристаллической щавелевой кислоты растворяют в 980 см^3 дистиллированной воды при слабом нагревании.

Срок хранения в емкости с темным стеклом и притертой пробкой — не более 1 мес.

6.3.4 Приготовление 1 %-ного раствора хлорида аммония

10 г хлорида аммония высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С — 105 °С до постоянного веса и растворяют в 990 $см^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в склянке с притертой пробкой — 2 мес.

6.3.5 Приготовление раствора хлорида бария, содержащего 1 мг бария в 1 $см^3$ раствора

178 мг хлорида бария двухводного переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки.

Срок хранения раствора в склянке с притертой пробкой —1 год.

6.3.6 Приготовление очищенного от карбонат-иона раствора гидроксида аммония

500 $см^3$ концентрированного аммиака наливают в перегонную колбу вместимостью 1 $дм^3$, добавляют 10 г свежепрокаленного оксида кальция, закрывают холодильник трубкой с натронной известью и оставляют на сутки, периодически помешивая. Затем перегонную колбу помещают на водяную баню и соединяют с наклонным холодильником. Колба-приемник должна содержать 300—400 $см^3$ воды, освобожденной от двуокиси углерода кипячением. По окончании перегонки концентрация аммиака в приемнике составляет около 20 %. При необходимости концентрация уточняется по плотности раствора.

Срок хранения раствора в емкости с притертой пробкой при температуре от 5 °С до 20 °С — 1 мес.

6.3.7 Приготовление насыщенного раствора карбоната аммония

250—300 г карбоната аммония растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в емкости с притертой пробкой в темноте — 6 мес.

6.3.8 Приготовление растворов азотной кислоты

6.3.8.1 Для приготовления раствора азотной кислоты молярной концентрацией 2,0 моль/$дм^3$ 153,7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты разбавляют дистиллированной водой в колбе вместимостью 1 $дм^3$ до метки.

6.3.8.2 Для приготовления раствора азотной кислоты молярной концентрацией 2,5 моль/$дм^3$ 192,1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты разбавляют дистиллированной водой в колбе вместимостью 1 $дм^3$ до метки.

Срок хранения растворов в темной емкости с притертой пробкой —1 мес.

6.3.9 Приготовление 10 %-ного раствора ацетата аммония

100 г ацетата аммония растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 1 $дм^3$ и доводят до метки.

Срок хранения растворов в емкости с притертой пробкой —1 мес.

6.3.10 Приготовление 10 %-ного раствора бихромата аммония

100 г бихромата аммония растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 1 $дм^3$, фильтруют и доводят до метки.

Срок хранения растворов в емкости с притертой пробкой —1 год.

6.4 Выщелачивание радионуклидов из почвы раствором соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/$дм^3$

Анализируемую пробу почвы помещают в широкогорлую коническую термостойкую колбу вместимостью от 500 до 2000 $см^3$ и заливают раствором соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/$дм^3$. Вместимость колбы и объем раствора зависят от массы пробы (таблица 3).

Таблица 3 — Объем раствора соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/$дм^3$ и вместимость используемых колб в зависимости от массы образца почвы

Масса образца почвы, г	До 40	40—80	80—160	160—320	320—500
Объем раствора соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/$дм^3$	50	100	200	400	500
Вместимость колбы, $см^3$	500		1000	1500—2000	2000

В процессе выщелачивания в суспензию вводят изотопный носитель радионуклида.

Если предполагается проведение анализа оксалатным методом, то к суспензии добавляют титрованный раствор, содержащий 250 мг стабильного стронция. Если предполагается проведение анализа ускоренным экстракционным методом, то к суспензии добавляют носитель иттрия в форме раствора или металлического порошка из расчета от 5 до 10 мг иттрия на 1 г почвы. Общее количество введенного иттрия фиксируют.

Суспензию кипятят в течение 30 мин, накрыв колбу часовым стеклом. Отстоявшийся раствор фильтруют через фильтр «белая лента», по возможности не перенося почву на фильтр. К остатку почвы в колбе вновь добавляют первоначальный объем раствора соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/дм^3 и кипятят в течение 30 мин. Суспензию фильтруют на воронке Бюхнера, остаток почвы промывают горячей дистиллированной водой до обесцвечивания раствора. Фильтрат и промывные воды объединяют, остаток почвы отбрасывают.

7 Определение ^{90}Sr по активности дочернего ^{90}Y оксалатным методом

7.1 Ход анализа

7.1.1 В фильтрат, содержащий экстрагируемую из почвы смесь элементов и радионуклидов, вносят оксалат аммония в количестве 0,1 от массы анализируемой пробы почвы и нагревают до кипения, затем нагрев прекращают и раствор нейтрализуют гидроксидом аммония до pH 4. В течение 1 ч при подогреве дают сформироваться осадку оксалата. Полноту осаждения проверяют добавлением в верхнюю часть надосадочной жидкости 1—2 см^3 насыщенного раствора щавелевой кислоты.

7.1.2 Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр «белая лента», осадок на фильтре промывают два-три раза 2 %-ным раствором щавелевой кислоты. Фильтрат отбрасывают.

7.1.3 Осадок на фильтре растворяют в 100 см^3 раствором соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/дм^3, собирая раствор в стакан вместимостью 100—1000 см^3. Промывают фильтр горячим раствором соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3 и проводят повторное осаждение оксалатов по 7.1.1.

7.1.4 Осадок оксалатов отфильтровывают, промывают дистиллированной водой, фильтрат отбрасывают.

7.1.5 Фильтр с осадком переносят в фарфоровую чашку или тигель, подсушивают, помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 700 °С — 800 °С в течение 1 ч.

7.1.6 Прокаленный осадок количественно переносят в стакан вместимостью 500 см^3 и осторожно приливают 50 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/дм^3, растворяя оксиды металлов.

7.1.7 Раствор фильтруют, фильтр промывают 5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3 и отбрасывают.

7.1.8 Фильтрат разбавляют дистиллированной водой в колбе вместимостью 200 см^3 до метки и доводят до кипения. В горячий раствор вносят приблизительно 50 мг железа (III) в форме хлорида. Небольшими порциями вносят очищенный от карбонат-иона гидроксид аммония до образования осадка гидроксида железа и алюминия. pH раствора должен быть 8—9.

7.1.9 К раствору с осадком добавляют 10 см^3 30 %-ного раствора пероксида водорода. Раствор доводят до кипения и кипятят в течение 10—15 мин. pH раствора должен быть в пределах 8—9, при необходимости корректируют гидроксидом аммония.

7.1.10 Осадок быстро фильтруют на воронке Бюхнера под вакуумом через бумажный фильтр «красная лента», два-три раза промывают горячим 1 %-ным раствором хлорида аммония, предварительно добавив в него две-три капли гидроксида аммония. Время окончания первой промывки фиксируют в рабочем журнале с точностью до часа с целью отсчета 14 сут для накопления ^{90}Y. Осадок отбрасывают.

7.1.11 Фильтрат кипятят для окончательного удаления пероксида водорода в течение 20 мин и в щелочной среде (pH 8—9) осаждают карбонаты щелочно-земельных элементов путем добавления насыщенного раствора карбоната аммония. При отсутствии карбоната аммония допускается использовать карбонат натрия. Добавлением одной-двух капель насыщенного раствора карбоната аммония проверяют полноту осаждения карбонатов щелочно-земельных элементов.

7.1.12 Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом через бумажный фильтр «синяя лента», промывают водой, фильтрат отбрасывают.

Примечание — В целях отделения от нуклидов Ba140 и La140 при радиохимическом анализе «свежих выпадений» (до четырех месяцев) выполняют следующие операции:

осадок карбонатов растворяют в минимальном объеме раствора соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/дм^3, раствор разбавляют водой до 50 см^3, прибавляют раствор $BaCl_2$, каплю индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют разбавленным в соотношении 1 : 1 раствором гидроксида аммония до изменения окраски. Избыток гидроксида аммония нейтрализуют раствором соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3 и прибавляют одну лишнюю каплю кислоты. Далее прибавляют равный объем раствора ацетата аммония с массовой долей ацетата аммония 30 %. Нагревают до температуры 90 °С и прибавляют 1 см^3 10 %-ного раствора бихромата

аммония, перемешивая смесь стеклянной палочкой. После охлаждения осадок отфильтровывают через бумажный фильтр «синяя лента». Промывают 10 $см^3$ 10 %-ного раствора ацетата аммония, осадок отбрасывают:

фильтрат нагревают и повторяют осаждение хромата бария. В фильтрат вносят раствор $BaCl_2$ и добавляют 1 $см^3$ 10 %-ного раствора бихромата аммония. Осадок отфильтровывают, промывают и отбрасывают;

к фильтрату добавляют гидроксид аммония до слабощелочной реакции pH 8—9, нагревают почти до кипения и осаждают карбонаты, добавляя насыщенный раствор карбоната аммония. Проверяют полноту осаждения добавлением одной-двух капель насыщенного раствора карбоната аммония. Затем осадок с раствором кипятят в течение 20—30 мин. При отсутствии карбоната аммония допускается использование карбоната натрия;

осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом через бумажный фильтр «синяя лента», промывают водой, фильтрат отбрасывают.

7.1.13 Осадок на фильтрате растворяют в 20 $см^3$ раствором соляной кислоты молярной концентрацией 6 моль/$дм^3$, раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают (15 опрокидываний при закрытой пробке), отбирают аликвоту 1 $см^3$, переносят во вторую мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют водой до метки. Во второй колбе определяют общее содержание стронция и рассчитывают выход носителя W_{Sr}.

В первую мерную колбу, где содержится выделенный в процессе анализа ^{90}Sr, добавляют 1 $см^3$ титрованного раствора иттрия, 50 мг иттрия в 1 $см^3$, и оставляют на 14 сут для накопления ^{90}Y.

7.1.14 Через 14 сут раствор из колбы переносят в термостойкий стакан, кипятят в течение 20—30 мин для удаления CO_2 и осаждают гидроксид иттрия очищенным от карбонат-иона гидроксидом аммония.

Время отделения ^{90}Y от ^{90}Sr записывают в журнал с точностью до 10 мин. Фильтрат, содержащий ^{90}Sr, целесообразно сохранять до конца анализа, чтобы использовать повторно в случае неудачи с окончанием анализа.

7.1.15 Осадок на фильтре растворяют в 10—15 $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$. В раствор вносят 0,1 $см^3$ раствора стабильного стронция (10 мг) и повторяют осаждение иттрия гидроксидом аммония.

7.1.16 Осадок отфильтровывают через бумажный фильтр «синяя лента», фильтрат отбрасывают.

7.1.17 Осадок на фильтре растворяют в минимальном количестве раствора соляной кислоты молярной концентрацией 0,3 моль/$дм^3$, добавляя ее порциями по 2—3 $см^3$, ею же промывают два раза бумажный фильтр.

Метод допускает два возможных варианта окончания анализа.

7.2 Радиометрическое окончание анализа с определением химического выхода носителя иттрия гравиметрическим методом

Нагревают раствор до кипения и вносят равный по объему насыщенный раствор щавелевой кислоты (при необходимости доводят кислотность раствора гидроксидом аммония до pH 4).

Осадок оксалата иттрия фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента», промывают небольшим количеством горячей воды, фильтрат отбрасывают.

Фильтр с осадком осторожно переносят в предварительно взвешенный и доведенный до постоянного веса фарфоровый тигель, подсушивают на электронагревателе и прокаливают в муфельной печи при температуре 700 °С — 800 °С в течение 1 ч.

Охлаждают тигель в эксикаторе до комнатной температуры, взвешивают, рассчитывают химический выход иттрия по формуле

$$W_Y = \frac{m}{61}, \qquad (3)$$

где m — масса осадка оксида иттрия;

61 — масса оксида иттрия при отсутствии потерь в ходе анализа (химический выход равен 1).

Этанолом переносят осадок на подложку, спирт подсушивают. Осадок на подложке выравнивают, добавляют по каплям этанол, снова подсушивают. Доведенный до постоянной массы препарат поступает на радиометрию.

Радиометрические измерения проводят в соответствии с инструкцией для радиометра данного типа. Результатом измерений должна стать величина общей активности ^{90}Y в пробе A_Y с указанием времени от момента отделения ^{90}Y от ^{90}Sr до момента измерения с точностью до 10 мин.

7.3 Окончание анализа с использованием жидкостного сцинтилляционного счетчика и определения выхода носителя в пробе раствора

Собранный фильтрат по 7.1.17 доводят до минимального точного объема в мерной колбе вместимостью 20—30 $см^3$. Для измерения на жидкостном сцинтилляционном счетчике отбирают точное количество полученного фильтрата, но не менее 2/3 общего объема в виалу вместимостью 20 $см^3$. Если измерения проводят сцинтиллятором, то объем пробы может составлять 14 $см^3$, объем сцинтиллятора — 6 $см^3$. Активность может быть определена также по Черенковскому излучению. В этом случае объем для измерений может составлять 20 $см^3$. При этом следует предусмотреть, чтобы осталась часть раствора (фильтрата) для определения химического выхода носителя иттрия W_Y одним из доступных методов. Измерение активности ^{90}Y должно быть проведено с минимально возможным интервалом времени от момента разделения ^{90}Sr и ^{90}Y (см. 7.1.14).

Результатом измерений и расчетов должна стать величина общей активности ^{90}Y в растворе, из которого взята проба для измерения A_Y с указанием времени от момента отделения ^{90}Y от ^{90}Sr до момента измерения активности с точностью до 10 мин.

8 Ускоренный экстракционный метод определения активности ^{90}Sr по активности дочернего ^{90}Y

8.1 Особенности метода

Данный метод используют, когда есть основания предполагать наличие «свежих» загрязнений почв ^{90}Sr и требуется получение необходимой информации за короткое время. Масса анализируемой пробы почвы при использовании данного метода не должна превышать 10 г (см. таблицу 2), поэтому метод предъявляет повышенные требования к чувствительности β-радиометров или спектрометров. Эти требования снижаются при повышенных уровнях загрязнения почв.

^{90}Y извлекают из упаренной исходной почвенной вытяжки методом жидкостной экстракции с использованием реактива HDEHP. Органическую фазу, содержащую ^{90}Y, промывают раствором соляной кислоты молярной концентрацией 1 моль/$дм^3$, ^{90}Y извлекают из органической фазы раствором соляной кислоты молярной концентрацией 9 моль/$дм^3$ и очищают с помощью реактива ТОМА. Радиометрическое или спектрометрическое окончание, а также определение выхода носителя иттрия проводят в соответствии с разделом 7.

8.2 Ход анализа

8.2.1 Упаривают в стакане под тягой исходную кислотную вытяжку, объединенную с промывными водами до состояния, близкого к высушиванию. Вносят точное количество носителя иттрия в форме металлического порошка или раствора соли из расчета 5—10 мг иттрия на 1 г пробы.

8.2.2 Добавляют к упаренной пробе 100 $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрацией 1 моль/$дм^3$. Доводят значение pH до 1,4 с помощью раствора аммиака.

8.2.3 Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и добавляют 50 $см^3$ реактива HDEHP.

8.2.4 Энергично встряхивают делительную воронку в течение нескольких минут, фиксируют время отделения ^{90}Y и перехода его в органическую фазу. Оставляют воронку в спокойном состоянии на 30 мин, после чего отделяют водную фазу.

8.2.5 Органическую фазу промывают пять раз раствором соляной кислоты молярной концентрацией 1 моль/$дм^3$ порциями по 20 $см^3$, каждый раз встряхивая в течение 1 мин, давая отстояться в течение 2 мин.

8.2.6 Извлекают иттрий из органической фазы путем пятикратного экстрагирования раствором соляной кислоты молярной концентрацией 9 моль/$дм^3$ порциями по 1 $см^3$. Встряхивают в течение 1 мин, давая отстояться в течение 2 мин. Водные фазы объединяют.

8.2.7 Переносят объединенные водные фазы в другую делительную воронку вместимостью 250 $см^3$.

8.2.8 Добавляют 50 $см^3$ реактива ТОМА, энергично встряхивают в течение нескольких минут и дают отстояться в течение 15 мин.

8.2.9 Собирают водную фазу в термостойкий стакан вместимостью 250 $см^3$ и добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды. Если водная фаза мутная, повторяют очистку, добавляя в водную фазу повторно 50 $см^3$ реактива ТОМА (см. 8.2.8). Объединяют водные фазы.

8.2.10 Добавляют 60—80 $см^3$ концентрированного аммиака и кипятят в течение 2 мин для осаждения гидроксида иттрия. Дают осадку отстояться и остыть в течение 20 мин.

8.2.11 Переносят содержимое стакана в центрифужные пробирки и центрифугируют в течение 10 мин при 3000 об/мин.

8.2.12 Удаляют центрифугат и растворяют осадок в 5 см^3 раствора азотной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3.

8.2.13 Переносят раствор в химический стакан вместимостью 100 см^3 и добавляют 10 см^3 насыщенного раствора щавелевой кислоты. Доводят общий объем водой до 50 см^3, доводят до точки кипения, но не кипятят, дают остыть и отстояться в течение 30 мин.

Метод допускает окончание анализа определением химического выхода носителя иттрия гравиметрическим методом и окончание анализа с использованием жидкостного сцинтилляционного счетчика и определения выхода носителя в пробе раствора.

8.3 Радиометрическое окончание анализа с определением химического выхода носителя иттрия гравиметрическим методом

Осадок оксалата иттрия фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента», промывают небольшим количеством горячей воды, фильтрат отбрасывают.

Фильтр с осадком осторожно переносят в предварительно взвешенный и доведенный до постоянного веса фарфоровый тигель, подсушивают на электронагревателе и прокаливают в муфельной печи при температуре 700 °С — 800 °С в течение 1 ч. Охлаждают тигель в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Химический выход носителя иттрия W_Y рассчитывают по формуле

$$W_Y = \frac{m_{окс} 0{,}79}{m_0}, \quad (4)$$

где $m_{окс}$ — масса осадка оксида иттрия, мг;

0,79 — коэффициент перехода от массы оксида иттрия к массе иттрия;

m_0 — масса иттрия, введенная в качестве носителя, мг.

Этанолом переносят осадок на подложку для радиометрических измерений, спирт подсушивают. Осадок на подложке выравнивают, добавляют по каплям этанол, снова подсушивают. Доведенный до постоянной массы, препарат поступает на радиометрию.

Радиометрические измерения проводят в соответствии с инструкцией для радиометра данного типа. Результатом измерений должна стать величина общей активности ^{90}Y в пробе A_Y с указанием времени от момента отделения ^{90}Y от ^{90}Sr до момента измерения с точностью до 10 мин.

8.4 Окончание анализа с использованием жидкостного сцинтилляционного счетчика и определения выхода носителя в пробе раствора

Осадок переносят на воронку с беззольным бумажным фильтром с размерами пор 0,45 мкм. Осадок полностью собирают на фильтре, фильтрат отбрасывают. Растворяют осадок оксалата иттрия на фильтре с помощью раствора азотной кислоты молярной концентрацией 2,5 моль/дм^3, чтобы общий объем раствора не превышал 35 см^3. Весь раствор собирают в предварительно взвешенную емкость (химический или пластмассовый стакан). Взвешивают и записывают общую массу раствора.

Отбирают 14 см^3 раствора в предварительно взвешенную виалу вместимостью 20 см^3 для радиометрических измерений и взвешивают. Записывают массу раствора, взятого для измерений. Добавляют в виалу 6 см^3 жидкого сцинтиллятора, закрывают виалу, тщательно перемешивают содержимое. Виала с раствором готова для измерений на β-спектрометре. До момента измерений температуру виалы поддерживают в интервале 1 °С — 7 °С.

Если аппаратура позволяет проводить определение активности по Черенковскому излучению, виалу вместимостью 20 см^3 целиком заполняют раствором. Следует предусмотреть, чтобы осталась часть раствора (фильтрата) для определения химического выхода носителя иттрия W_Y одним из доступных методов. Измерение активности ^{90}Y должно быть проведено с минимально возможным интервалом времени от момента разделения ^{90}Sr и ^{90}Y.

Результатом измерений и расчетов должна стать величина общей активности ^{90}Y в растворе, из которого взята проба для измерения, A_Y с указанием времени от момента отделения ^{90}Y от ^{90}Sr до момента измерения с точностью до 10 мин.

9 Обработка результатов, определение радиохимической чистоты препарата ^{90}Y, расчет активности ^{90}Sr

Радиохимическую чистоту выделенного ^{90}Y не контролируют, если измерения активности ^{90}Y проводились на β-спектромере методом жидкостно-сцинтилляционного счета. В случае радиометрических измерений, например с использованием газоразрядных счетчиков, контроль на наличие радиохимических примесей проводят по измерению скорости распада ^{90}Y. Через 64 ч (период полураспада ^{90}Y) актив-

ность препарата должна снизиться в два раза, спустя две недели скорость счета должна снизиться до фонового уровня.

Активность ^{90}Sr по активности дочернего ^{90}Y A_{Sr}, Бк/кг почвы, рассчитывают по формуле

$$A_{Sr} = \frac{A_Y}{e^{-\lambda t} W_{Sr} W_Y M_{ac}}, \quad (5)$$

где $e^{-\lambda t}$ — поправка на распад ^{90}Y от момента разделения ^{90}Y и ^{90}Sr до момента измерения;

λ — постоянная распада ^{90}Y, равная $1{,}08 \cdot 10^{-2}$ ч$^{-1}$;

t — время, ч;

W_{Sr} — химический выход носителя стронция учитывают только в случае использования оксалатного метода; при использовании ускоренного экстракционного метода принимают за 1;

W_Y — химический выход носителя иттрия.

Содержание ^{90}Sr в кБк/м^2 (A_s) в пахотном горизонте рассчитывают по формуле

$$A_s = \frac{A_s \rho h}{100}, \quad (6)$$

где ρ — объемная масса почвы, г/см^3;

h — мощность пахотного горизонта, см.

10 Точность и прецизионность результатов измерений

10.1 Точность конечного результата определяется ошибками радиометрических измерений и ошибками определения химического выхода носителей и может составлять величины от единиц до десятков процентов в зависимости от уровня содержания ^{90}Sr в анализируемом объекте, чувствительности и стабильности работы радиометрической и спектрометрической аппаратуры, точности химического определения носителей.

10.2 Относительную ошибку результата σ_Σ складывают из относительных ошибок радиометрических или спектрометрических измерений (σ_{AY}) и ошибок в определении химических выходов носителей (σ_{WY} и σ_{WSr}) и рассчитывают по формуле

$$\sigma_\Sigma = \sqrt{\sigma_{AY}^2 + \sigma_{WY}^2 + \sigma_{WSr}^2}. \quad (7)$$

11 Требования безопасности и квалификация персонала

При выполнении измерений соблюдают требования радиационной безопасности по [1] — [2].

При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

Анализы следует проводить в сухом отапливаемом помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией, защищенном от механических воздействий и прямого попадания солнечных и тепловых лучей. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу.

В помещении должно быть защитное заземление.

Воздух в помещении не должен содержать примесей, вызывающих коррозию металлических деталей и повреждение электрической изоляции.

Температуру воздуха в помещении следует поддерживать в пределах (20 ± 5) °С. Резкие колебания температуры и сквозняки недопустимы.

Выполнение анализа, измерения на радиометрах и спектрометрах должен проводить персонал, имеющий соответствующую квалификацию, прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с ионизирующими источниками излучения и допущенный медицинскими органами к работе с радиоактивными веществами.

Библиография

[1] СанПиН 2.6.1.2523—2009 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)

[2] СП 2.6.1.2612—2010 Ионизирующее излучение, радиационная безопасность. Основные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ—99/2010)

УДК 631.42:006.34 ОКС 13.080 С09

Ключевые слова: почвы, радионуклиды, ^{90}Sr, радиохимический метод, оксалатный метод, ускоренный экстракционный метод

Редактор *А.Д. Чайка*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 28.12.2011. Подписано в печать 19.01.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,55. Тираж 111 экз. Зак. 70.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru