Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Свинец-210. Определение удельной активности в пищевых продуктах

Методические указания
МУК 4.3.2502—09

Издание официальное

Москва • 2010

gost.e-ecolog.ru

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

4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Свинец-210. Определение удельной активности в пищевых продуктах

Методические указания
МУК 4.3.2502—09

ББК 51.23
С24

С24 **Свинец-210.** Определение удельной активности в пищевых продуктах: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—27 с.

ISBN 978—5—7508—0828—1

1. Разработаны Федеральным государственным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр им. А. И. Бурназяна» (К. В. Котенко, Ю. А. Щагин, Н. К. Шандала, Н. Я. Новикова, Н. А. Бусарова, А. М. Афанасьева, Н. А. Богданенко); Государственнм унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт промышленной и морской медицины» (В. В. Довгуша, М. П. Шалаева, В. П.Феклистова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 24 марта 2009 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 23 апреля 2009 г.

4. Введены в действие с 20 июня 2009 г.

5. Введены взамен части методики «Определение свинца-210 в почве, растительности и пищевых продуктах» в сборнике «Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды» (М., 1980), касающейся определения свинца-210 в пищевых продуктах.

ББК 51.23

ISBN 978—5—7508—0828—1

© Роспотребнадзор, 2010
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

Содержание

1. Область применения 4
2. Нормативные ссылки 4
3. Термины и определения 5
4. Основные положения 6
5. Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы и реактивы ... 8
6. Требования к обеспечению безопасности, экологической безопасности, требования к квалификации исполнителя 9
7. Подготовка к выполнению анализа и измерений 11
8. Выполнение анализа. Определение свинца-210 в пищевых продуктах 14
9. Проведение измерения выделенного препарата висмута-210 16
10. Обработка результатов измерения висмута-210 17
11. Оформление результатов измерения 18
12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 18
Приложение 1. Методика приготовления аттестованного раствора свинца-210↔ висмута-210 20
Приложение 2. Методика приготовления из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР) радия-226 или свинца-210 образца активности свинца-210 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения 22
Приложение 3. Таблица накопления (распада) висмута-210. $T_{1/2}$ – 5 сут. 25
Приложение 4. Библиография 26
Приложение 5. Конструкция ионообменной колонки 27

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
23 апреля 2009 г.
Дата введения: 20 июня 2009 г.

4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Свинец-210. Определение удельной активности в пищевых продуктах

Методические указания МУК 4.3.2502—09

1. Область применения

Методические указания устанавливают методику выполнения измерения активности свинца-210 по дочернему висмуту-210 в пробе пищевых продуктов после анионообменного выделения свинца-210 с носителем из 2 н солянокислого раствора золы на анионите ЭДЭ-10П и последующего выделения его в виде хромата.

Диапазон измерений 0,2—200,0 Бк позволяет использовать методику для определения содержания свинца-210 в пищевых продуктах с целью контроля за уровнем поступления его в организм человека с рационом и оценки дозы внутреннего облучения.

2. Нормативные ссылки

В настоящих методах контроля использованы ссылки на нормативные документы:

1. СП 2.6.1. 758—99 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99)».
2. СП 2.6.1.799—99 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99)».
3. СанПиН 2.3.2.1078—01 «Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов».

4. МИ 2453—2000 «Рекомендации. Методики радиационного контроля. Общие требования».

5. ГОСТ Р 8. 563—96 ГСИ (Изд. 2002 г) «Методики выполнения измерений».

6. ГОСТ 8. 033—96 ГСИ «Государственная поверочная схема для средств измерения активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа- и бета – частиц и фотонов радионуклидных источников».

7. ГОСТ 8. 207—76 ГСИ «Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения».

8. ГОСТ Р. ИСО 5725-1-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

9. ГОСТ 12.0.003—74 ССБТ «Опасные и вредные производственные факторы».

10. ГОСТ 12.1.019—79 ССБТ «Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

11. ГОСТ 12.1.10—76 ССБТ «Взрывобезопасность. Общие требования».

12. ГОСТ 12.1.004—91 ССБТ «Пожарная безопасность. Общие требования».

13. РМГ 60—2003 ГСИ «Смеси аттестованные. Общие требования к разработке».

3. Термины и определения

В настоящем документе принята терминология в соответствии с НРБ-99 и ОСПОРБ-99. В дополнение к ним используются следующие термины:

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.

Радиометрическая установка – техническое средство (радиометр, спектрометр) для измерения активности (удельной активности) радионуклидов в счетном образце.

Носитель – вещество, которое, будучи связано с ничтожно малым количеством другого вещества, проносит последнее через весь химический или физический процесс.

Химический выход радионуклида – отношение количества носителя радионуклида в измеряемом образце к количеству носителя этого радионуклида в пробе.

4. Основные положения

4.1. Свинец-210 является продуктом распада радионуклидов уранрадиевого ряда и относится к группе так называемых естественных радионуклидов (ЕРН). Являясь дочерним продуктом распада радона-222, свинец-210 глобально распространяется в атмосфере и повсеместно выпадает на земную поверхность.

Свинец-210 – мягкий бета-излучатель ($T_{1/2}$ – 22,3 года, $E_{мах}$ – 0,015 МэВ), который практически не регистрируется используемыми счетчиками. В связи с этим радиометрическое измерение производится по его дочернему короткоживущему изотопу висмуту-210 ($T_{1/2}$ – 5 дней, $E_{мах}$ – 1,16 МэВ).

Основной путь поступления свинца-210 в организм человека – по пищевым цепям. Свинец-210 (^{210}Pb) и его дочерний изотоп висмут-210 (^{210}Bi) накапливаются в костной ткани и вносят существенный вклад в дозу внутреннего облучения.

Для наблюдения и контроля за уровнем поступления свинца-210 в организм человека с рационом производят измерение содержания его в пищевых продуктах.

Полученные значения удельной активности свинца-210 в пищевых продуктах позволяют проследить за динамикой накопления его в организме и оценить дозу внутреннего облучения.

4.2. Метод определения. Метод определения свинца-210 основан на переводе данного радионуклида в раствор путем растворения золы пищевых продуктов в концентрированной соляной кислоте и последующем анионообменном выделении его с носителем из 2 н солянокислого раствора на аниоците ЭДЭ-10П. После десорбции со смолы 0,01 н HCl ^{210}Pb осаждают в виде хромата.

Измерение выделенного препарата ^{210}Pb производится по дочернему ^{210}Bi на низкофоновых бета-радиометрах, отградуированных по $^{210}Pb \leftrightarrow ^{210}Bi$.

Значение чувствительности радиометров получается при градуировке установки с использованием образцового радиоактивного раствора радия-226 или свинца-210 (прилож. 1, 2).

Длительность анализа – 12 ч (без подготовки проб к анализу и накопления дочернего ^{210}Bi). Один лаборант одновременно может делать 4 пробы.

4.3. Требования к погрешности измерения, приписные характеристики погрешности измерений.

4.3.1. Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в табл. 4.1.

Таблица 4.1

Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и правильности

Наименование определяемого компонента, диапазон измерений	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной среднеквадратической погрешности при вероятности P = 0,95), $\pm \delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), $\pm \delta_c$, %
Активность свинца-210 Диапазон измерений от 0,2 Бк до 200 Бк	10	12	10	30

4.3.2. Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний.

Значение чувствительности радиометров получается при градуировке установки с использованием образцовых радиоактивных растворов (прилож. 1, 2).

Значение чувствительности бета-гамма-спектрометров получается при градуировке установки с использованием образцовых объемных источников и вводится в программу расчета на ПЭВМ (Инструкция по использованию установки).

5. Средства измерения, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

5.1. Основные средства измерения

Средства измерения, рекомендуемые при использовании методики, представлены в табл. 5.1.

Таблица 5.1

Средства измерения, рекомендуемые при использовании методики

Наименование средств измерения	Обозначение стандарта, ТУ, ТД на изготовление	Наименование измеряемой физической величины	Погрешность (на уровне $A_{мин}$)
Установка с малым фоном УМФ-1500 УМФ-2000	ТУ 25-11-162–68 Госреестр № 16294–97	Скорость счета, $с^{-1}$	25 % при P = 0,95
Образцовый радиоактивный раствор (ОРР) радия-226 или свинца-210	ЕВ 95 014-671	Активность, Бк/г	5 % при P = 0,95
Пипетки емкостью 1, 2, 5 $см^3$	ГОСТ 29227–91 ИСО 835-1–81	Объем, $см^3$	Погрешность 2 % 0,01 мл
Весы лабораторные, типа ВЛТ-200, ВЛТК-500	ГОСТ 24104–88 -"- -"-	Масса, г	Погрешность 2 % 0,0005 г
Секундомер	ГОСТ 5072	с	0,2 с

Примечание. Возможно использование других радиометрических установок с последующей проверкой их метрологических характеристик.

5.2. Вспомогательные устройства и оборудование

Печь муфельная с терморегулятором до 1 000° (типа СНОЛ) — ТУ 16-681.051—84
Шкаф сушильный — ТУ 16-531.639—78
Весы лабораторные равноплечие — ГОСТ 24104—2001
Весы лабораторные типа ВЛТ-200 — ГОСТ 24104—2001
Набор разновесов — ГОСТ 7328—2001
Плитка электрическая с закрытой спиралью — ГОСТ 14919—83
Аппарат для дистилляции воды Д-Э-4-2 — ТУ 64-1-721—78
Волокно лавсановое или стеклянное

Фильтры беззольные «красная и синяя ленты»	ТУ 6-09-1678—86
Бумага индикаторная универсальная для определения pH от 1,0 до 10,0	ТУ 6-09-1181—76
Колонки хроматографические стеклянные с краном (прилож. 5)	
Стаканы термостойкие вместимостью 100, 200 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки диаметром 10,15 см	ГОСТ 25336—82
Колбы мерные вместимостью 100, 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770–74
Чашки выпарительные объемом 200 $см^3$	ГОСТ 9147—80Е
Стеклянные капельницы объемом 50 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки длиной 30 см	ГОСТ 25336—82Е
Цилиндры мерные вместимостью 10, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1, 2, 5,10 $см^3$	ГОСТ 20292—74

5.3. Реактивы и материалы

Кислота азотная концентрированная, чда, плотность 1,39	ГОСТ 4461—77
Кислота соляная концентрированная, чда, плотность 1,17	ГОСТ 3118—77
Кислота уксусная ледяная	ГОСТ 61—75
Натрий уксусно-кислый, 3-водный, чда	ГОСТ 199—78
Аммиак водный, чда	ГОСТ 3760—79
Аммоний (натрий) двухромовокислый, чда	ГОСТ 3763—76
Свинец азотно-кислый, чда	ГОСТ 4236—77
Спирт этиловый ректификат	ГОСТ 18300—87
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—79
Метиловый оранжевый, индикатор	ГОСТ 10816
Смола ионообменная, анионит ЭДЭ-10П	ГОСТ 20301—74

6. Требования к обеспечению безопасности, экологической безопасности, требования к квалификации исполнителя

6.1. Требования безопасности при работе с химическими веществами

При работе с растворами кислот, аммиака и другими химическими реактивами должны выполняться требования инструкций по технике

безопасности при работе с химическими веществами, утвержденные руководителем организации.

6.2. Требования к радиационной безопасности при работе с источниками ионизирующих излучений

При работе с радиоактивными пробами и образцовыми радиоактивными растворами (ОРР) следует руководствоваться действующими СП 2.6.1.799—99 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99)» и «Инструкцией по технике безопасности для работающих с радиоактивными веществами и источниками ионизирующих излучений в структурных подразделениях предприятий», утвержденной руководителем организации.

6.3. Общие требования безопасности

Все электроустановки и электроаппаратура, используемые при выполнении измерений, должны соответствовать требованиям «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей» (ПТЭ) и «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» (ПТБ).

В помещении для производства работ должны выполняться общие требования пожаро- и взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.004—91, ГОСТ 12.1.010—76.

Помещение для производства работ по данной методике должно соответствовать требованиям «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99)».

6.4. Требования к квалификации исполнителя

К выполнению химических операций методики и измерений бета-активности допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинский осмотр и не имеющие медицинских противопоказаний. Химическую часть методики могут исполнять специалисты, имеющие квалификацию лаборанта или техника-химика, измерение бета-активности выполняют лица с квалификацией лаборанта или техника-радиометриста.

Перед допуском к работе персонал должен пройти обучение, инструктаж и проверку знаний правил безопасности ведения работ и действующих в организации инструкций.

7. Подготовка к выполнению анализа и измерений

7.1. Требования к подготовке проб для проведения радиохимического определения

7.1.1. Отбор проб производится в соответствии с требованиями действующих нормативных документов [4, 5].

Масса пробы (m), необходимая для получения достоверных результатов, рассчитывается в соответствии с уровнем нижнего предела измерения радиационного параметра для используемой измерительной аппаратуры ($A_{мин}$, Бк) и данной методики выполнения измерения в реальных условиях измерений с погрешностью определения не хуже 60 % при доверительной вероятности P = 0,95 и ожидаемой удельной активностью радионуклидов в пищевых продуктах на уровне среднего содержания на территории России ($A_{ср}$, Бк/кг), с учетом потерь при пробоподготовке и химическом выделении изотопа (а).

$$m = A_{мин}/A_{ср} \cdot а, кг$$

7.1.2. Подготовка проб растительных пищевых продуктов.

Навеску пробы 3,0—6,0 кг сырого веса, вымытую, очищенную, нарезанную помещают в сушильный шкаф и высушивают 6—12 ч при 100—120 °С.

Сухую пробу переносят в фарфоровые чашки и нагревают на электроплитке или под инфракрасной лампой до полного обугливания. Пересыпают в фарфоровые тигли или чашки меньшего размера и помещают в муфельную печь для озоления при 400—500 °С во избежание потерь ^{210}Pb.

7.1.3. Подготовка проб пищевых продуктов животного происхождения методом термического разложения.

Мясо и мышцы рыбы отделяют от костей, нарезают мелкими кусками. Творог, сыр помещают в фарфоровые чашки. Навеску пробы 2,0—6,0 кг сырого веса высушивают под инфракрасной лампой, обугливают на электроплитке (жир сливают и взвешивают для корректировки массы пробы, взятой для анализа), затем переносят в фарфоровые тигли небольшими порциями и озоляют при 400—500 °С, периодически смачивая концентрированной азотной кислотой.

7.1.4. Подготовка проб молока.

Пробу молока (масса 3,0—6,0 кг) подкисляют и выпаривают на электроплитке или на газовой плитке до сухой массы, переносят в фар-

форовые чашки, высушивают под лампой. Сухой остаток обугливают на плитке и озоляют в муфельной печи при 400—500 °С.

7.2. Приготовление реактивов

7.2.1. Раствор 1 н соляной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 помещают 89 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

7.2.2. Раствор 2 н соляной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 помещают 178 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

7.2.3. Раствор 0,01 н соляной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 помещают 10 см^3 раствора, приготовленного по п. 7.2.1, и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

7.2.4. Раствор 1 н азотной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 помещают 68 см^3 концентрированной азотной кислоты и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

7.2.5. Раствор носителя свинца с содержанием свинца – 20 мг/см^3 (по Pb).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 3,197 г азотнокислого свинца, 50 см^3 дистиллированной воды, 2 см^3 концентрированной азотной кислоты и растворяют при помешивании. После растворения доводят объём до метки дистиллированной водой. Титр раствора носителя свинца по $PbCrO_4$ устанавливают осаждением свинца в виде хромата по п.п. 8.2.3, 8.2.4.

7.2.6. Раствор ацетатный буферный.

Ацетатная буферная смесь готовится из 1 М уксусной кислоты и 1 М уксусно-кислого натрия в соотношении 1 : 1.

Для приготовления 1 М раствора уксусной кислоты 57 мл ледяной уксусной кислоты разбавляют в мерной колбе до 1 000 см^3 дистиллированной водой.

Для приготовления 1 М раствора уксусно-кислого натрия 82 г натрия уксусно-кислого безводного или 136 г натрия уксусно-кислого 3-водного разбавляют в мерной колбе до 1 000 см^3 дистиллированной водой. Растворы смешиваются в соотношении 1 : 1.

7.2.7. Раствор 10 %-го аммония (натрия) двухромовокислого.

10 г аммония (натрия) двухромовокислого растворяют в 1 000 см^3 дистиллированной воды.

7.2.8. Натрия гидроокись, 0,2 н водный раствор.

Готовится из стандарт-титра (фиксанала) 0,1 н раствора NaOH, который разбавляется дистиллированной водой в мерной колбе емкостью 500 см^3.

7.2.9. Метиловый оранжевый, индикатор, 0,1 %-й водный раствор.

0,1 г индикатора растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

7.3. Подготовка аппаратуры к выполнению измерений

При выполнении измерений активности посредством регистрации бета-излучения на используемых средствах измерения выполняют требования, изложенные в техническом описании и инструкции по эксплуатации. Подготовка измерительной установки к работе и вывод ее на рабочий режим осуществляются в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора, методическими указаниями по радиометрическим измерениям радиоактивных препаратов и в соответствии с требованиями программы измерения активности при работе на бета-спектрометре.

Значение скорости счета собственного фона установки, чувствительности установки и нестабильности ее работы принимаются по данным метрологической аттестации или поверки средств измерения. Для контроля стабильности условий проведения измерений в начале рабочего дня не менее 2-х раз измеряют скорость счета фона установки, при этом в измерительную камеру помещают чистую подложку (кювету) и измеряют скорость счета от контрольного источника не менее 5-и раз. Рассчитывают и соответствующим образом оценивают промежуточное среднее значение скорости счета фона ($N_{ср.ф.}$) и от контрольного источника ($N_{ср.к.и.}$) по формуле:

$$N_{ср} = \frac{\sum N_i}{n}, \text{ где} \qquad (1)$$

N_i – скорость счета (фона или контрольного источника) при i-ом измерении, с$^{-1}$;

n – число измерений.

Подготовка к работе бета-спектрометра производится в соответствии с методическими рекомендациями по спектрометрическим измерениям, прилагаемым к спектрометру.

8. Выполнение анализа. Определение свинца-210 в пищевых продуктах

8.1. Подготовка анионообменной смолы ЭДЭ-10П к анализу и регенерация

8.1.1. Отбор фракции смолы необходимого размера.

Для анализа используют фракции смол, отстаивающиеся в воде в интервале от 20 до 40 с. Смолу предварительно замачивают в воде, затем растирают в ступке. Измельченный материал (приблизительно 100 мл) помещают в высокий стакан вместимостью 1 $дм^3$, заливают водой, интенсивно перемешивают, не придавая содержимому вращательного движения. Через 40 с после прекращения перемешивания быстро сливают воду до уровня оставшегося материала. Операцию повторяют до тех пор, пока декантат не будет содержать следов смолы. Таким образом удаляется мелкая фракция. Затем ту же операцию повторяют со временем отстоя 20 с. Смола, уходящая в этом случае в декантат, используется для работы. Оставшаяся более крупная фракция подвергается дальнейшему измельчению.

8.1.2. Обработка смолы.

Отобранную для работы по п. 8.1.1 фракцию смолы помещают в делительную воронку объёмом 500—1 000 $см^3$, в которую над краном помещён тампон из лавсанового или стеклянного волокна. Промывают смесью 50 $см^3$ этилового спирта с 50 $см^3$ 2 н HCl. Затем для переведения в Cl^- – форму смолу промывают 2 н HCl из расчета 1 000 $см^3$ 2 н HCl на 100 $см^3$ смолы. После этого она готова к загрузке в колонку.

Хранят смолу под слоем 2 н соляной кислоты и в этом же растворе производят загрузку смолы в колонку.

8.1.3. Заполнение колонок смолой.

В ионообменную колонку (прилож. 5) над краном помещают тампон из лавсанового или стеклянного волокна и 1—2 $см^3$ 2 н соляной кислоты. Делают метку на колонке, соответствующую объёму 10 $см^3$ над тампоном, и переливают взболтанную взвесь смолы в колонку, наполняя её до высоты в две трети объёма. Открывают кран колонки и медленно сливают раствор, при этом смола задерживается тампоном и заполняет объём колонки. Операцию повторяют до заполнения колонки смолой до метки. Смолу промывают 100 $см^3$ 2 н HCl со скоростью 1 $см^3$/мин, после чего колонка готова к использованию.

8.1.4. Регенерация смолы.

По окончании работы смолу в колонке промывают 200 $см^3$ 1 н HNO_3 со скоростью 1 $см^3$/мин, затем дистиллированной водой до pH промывного раствора 4—5 и 100 $см^3$ 2 н HCl со скоростью 1 $см^3$/мин.

Примечания.

1. Нельзя допускать наличие воздушных пузырей в слое смолы (удалить их можно слегка постукивая по колонке).

2. При подаче в колонку растворов сначала необходимо добавлять небольшую часть раствора, тщательно обмывая стенки колонки. Эту часть раствора пропускают с заданной скоростью до уровня смолы, затем повторяют эту операцию ещё раз и осторожно вливают оставшийся раствор.

8.2. Выделение свинца-210 из золы пищевых продуктов

8.2.1. Навеску золы, полученной от всей взятой для анализа пробы (п. 7.1), поместить в термостойкий стакан, внести 1 $см^3$ раствора носителя свинца (п. 7.2.5) и растворять при нагревании в минимальном объеме концентрированной соляной кислоты. Не растворившийся остаток золы отфильтровать через фильтр «синяя лента», подсушить под инфракрасной лампой, повторно озолить в муфеле и растворить в концентрированной соляной кислоте. Во избежание разложения кислоты по мере изменения объема при нагревании в пробу периодически доливать дистиллированную воду. Если после повторного озоления не растворившийся остаток составляет значительную часть навески (что наблюдается иногда при растворении продуктов животного происхождения), доозоление повторить еще раз.

Не растворившийся остаток промыть водой и отбросить. Фильтраты и промывные воды объединить и развести водой до 2 н по HCl. Для проверки нормальности 0,1 $см^3$ раствора поместить в коническую колбу на 25 $см^3$, разбавить 10 $см^3$ дистиллированной воды и титровать в присутствии индикатора метилового оранжевого 0,2 н раствором NaOH. При необходимости кислотность корректируют.

8.2.2. Объединенные фильтрат и промывные воды пропустить через колонку, заполненную смолой ЭДЭ-10П, со скоростью 1 $см^3$/мин, смолу промыть 100 $см^3$ 1 н HCl с той же скоростью.

При этом свинец осаждается на смоле, в фильтрат уходят изотопы радия, тория, урана и основная масса нерадиоактивных примесей, в т. ч. железо, калий, кальций и т. п. При необходимости определения в этой пробе радия-226 фильтрат и промывные воды объединить и оставить для последующего анализа.

8.2.3. Свинец десорбировать со смолы, пропуская через колонку 100 см^3 0,01 н HCl со скоростью 0,5 см^3/мин. Десорбат упарить до 10—15 см^3, нейтрализовать 10 %-м аммиаком до pH 1,5, нагреть и к горячему раствору прилить 5 см^3 буферного раствора (при этом pH раствора должен быть на уровне 4,0—4,5) и 10 см^3 10 %-го раствора бихромата натрия или аммония для осаждения хромата свинца. Нагревают на водяной бане в течение 1 ч, периодически добавляя в пробу по 1 капле уксусную кислоту и подливая в баню воду до постоянного уровня.

8.2.4. Осадок хромата свинца перенести в центрифужную пробирку, отцентрифугировать, промыть осадок три раза дистиллированной водой, три раза этиловым спиртом по 10 см^3 и перенести спиртом на взвешенную мишень. Мишень высушить, взвесить для определения выхода по носителю и оставить в эксикаторе для накопления висмута-210 на 30 сут. Геометрические параметры приготовленного препарата (диаметр мишени, толщина слоя исследуемого препарата, мг/см^2) должны быть идентичны геометрии эталонного образца (прилож. 1).

8.2.5. Перед проведением серии измерений и после приготовления новых реактивов проводят «холостые опыты» для получения фоновых источников для установки типа УМФ с целью определения методического фона реактивов. В стакан вместимостью 100 см^3 наливают 50 см^3 2 М соляной кислоты, вносят 1 см^3 носителя свинца, проводят операции по п.п. 8.2.2—8.2.4.

Измерение фонового образца для определения методического фона при измерении счетных препаратов свинца-210 проводят по п. 9 методики выполнения измерений.

Если значение $N_{ф.обр.} - N_{ф.уст.} < N_{мин}$ и находится на уровне ошибки измерения, то это значение не учитывают и при расчете активности свинца-210 принимают среднее значение $N_{ф.уст}$. Если значение $N_{ф\,обр.} - N_{ф.уст.} > N_{мин.}$, то холостой опыт повторяют и в качестве фонового значения используют среднее значение $N_{ф.обр.}$.

9. Проведение измерения выделенного препарата висмута-210

Исследуемый препарат свинца-210↔висмута-210 поместить в измерительную камеру установки и ориентировочно оценить скорость счета пробы один раз за 1—2 мин (N). Зафиксировать время начала измерения.

Время измерения исследуемого образца (t) пробы для доверительной вероятности P = 0,95 определить по формуле:

$$t = 4 \cdot 100^2 \cdot (N + 2N_{ср.ф.})/(s^2 \cdot N^2), \text{ с, где} \qquad (2)$$

4 – коэффициент при доверительной вероятности P = 0,95;

100 – коэффициент для выражения относительной случайной погрешности (s), %;

N – предварительно измеренное численное значение скорости счета от измеренного образца (без фона), $с^{-1}$;

s – относительная случайная погрешность измерения пробы при P = 0,95 по результатам аттестации методики, %;

$N_{ср.ф.}$ – среднее значение скорости счета фона, $с^{-1}$, $N_{ср.\,ф.} = \Sigma\, N_{i\,ф.}\,/n$

Скорость счета от исследуемой пробы ($N_{пр.}$) за время *t* измерить не менее двух раз. Рассчитать среднюю скорость счета пробы ($N_{ср.пр.}$) по формуле:

$$N_{ср.\,пр.} = \Sigma\,(N_{i.пр.} - N_{ф})/n, \text{ где} \qquad (3)$$

$N_{i.пр.}$ – скорость счета пробы с фоном, $с^{-1}$;

$N_{ф}$ – скорость счета фона установки, $с^{-1}$;

n – число измерений.

10. Обработка результатов измерения висмута-210

Удельную активность (*A*) свинца-210 (по висмуту-210) в пищевых продуктах рассчитывают по формуле:

$$A = N_{ср.пр.}/(P_{о} \cdot a \cdot F), \text{ Бк/кг, где} \qquad (4)$$

$N_{ср\,пр.}$ – средняя скорость счета пробы, $с^{-1}$;

$P_{о}$ – вес пробы взятой на анализ, кг;

a – поправка на химический выход свинца-210;

F – чувствительность установки (по свидетельству об аттестации СИ).

Если нужно получить результат ранее, чем через 30 сут., то препарат измеряют через 4 сут. после нанесения хромата (время, необходимое для распада короткоживущих изотопов свинца-212, свинца-211) и еще 2—3 раза в течение 10 сут. Следует учесть, что осадок содержит некоторое количество висмута-210 и его активность сразу после выделения не равна нулю.

В этом случае удельную активность свинца-210 (А) вычисляют по формуле:

$$A = At - (A_1 \cdot f_1)/f_2, \text{ Бк/кг, где} \qquad (5)$$

A_1 – концентрация висмута-210 в момент первого измерения (вычисляют по формуле (4);

A_t – концентрация висмута-210 в момент любого из последующих измерений (вычисляют по формуле (4));

f_1 – коэффициент, учитывающий распад висмута-210 от момента выделения до момента измерения препарата (прилож. 3);

f_2 – коэффициент, учитывающий накопление висмута-210 от момента выделения до момента измерения препарата (прилож. 3).

11. Оформление результатов измерения

Результат измерения (А) должен быть представлен в виде:

$$A \pm \Delta, (P = 0{,}95), \text{ где}$$

$\Delta = 0{,}01\ \delta A$ (A – активность свинца-210 в пробе), значения δ приведены в табл. 5.1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $A \pm \Delta_л$, ($P = 0{,}95$), при условии $\Delta_л < \Delta$, где

a – результат измерения, полученный в соответствии с прописью настоящей методики;

$\pm\ \Delta_л$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

12.1. 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);
- контроль стабильности результатов измерения (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

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

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

$$K_к = |X - C|, \text{ где}$$

X – результат контрольного измерения активности свинца-210 в образце для контроля;

C – аттестованное значение образца для контроля.

12.2.3. Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л, \text{ где}$$

$\Delta_л$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля, $\Delta_л = 0{,}01\ \delta_л C$.

Значения $\Delta_л$ установлены в лаборатории.

12.2.4. Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия $K_к < K$ (1).

При невыполнении условия (1) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

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

Приложение 1
(информационное)

Методика приготовления аттестованного раствора свинца-210↔ висмута-210

1. Назначение и область применения методики

Методика устанавливает приготовление из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР) ^{226}Ra или $^{210}Pb \leftrightarrow ^{210}Bi$ образца активности $^{210}Pb \leftrightarrow ^{210}Bi$ с удельной активностью в диапазоне 5—10 Бк, предназначенного для определения чувствительности низкофоновых бета-радиометров. Образцы активности могут использоваться для контроля точности выполнения измерений по используемой методике «Свинец-210. Определение удельной активности в пищевых продуктах».

2. Метрологическая характеристика

Аттестованное значение – удельная активность в диапазоне 5—10 Бк.

3. Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Средства измерения

Колбы мерные вместимостью 1 000 см^3, 25 см^3 2-100-2	ГОСТ 1770—74У
Пипетки 1,0 см^3	ГОСТ 29227—91

Реактивы

Азотная кислота	ТУ 6-09-4676—78

4. Процедура приготовления

Приготовление водного раствора 1 н азотной кислоты: 63 см^3 концентрированной азотной кислоты разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 1 000 см^3.

Для приготовления образца активности используется образцовый радиоактивный раствор (ОРР) 2-го разряда, с удельной массовой активностью $1{,}22 \cdot 10^3$ Бк/г, масса раствора (5 ± 0,5) г, pH = 1 по HNO_3. Погрешность определения удельной массовой активности 5 % при P = 0,95. Пипеткой вносят 0,1 см^3 (или 0,2 см^3) образцового радиоактивного раствора в мерную колбу объемом 25 см^3, в которую предварительно внесено 10 см^3 1 н HNO_3, взбалтывают раствор и доводят объем раствора до метки на колбе 1 н HNO_3.

5. Характеристика погрешности

Характеристика погрешности удельной массовой активности ОРР(Δ_1) – 5 % с вероятностью 0,95.

Характеристика погрешности вместимости колбы объемом 25 см^3(Δ_2) – 0,2 мл – 0,8 %.

Характеристика погрешности объема пипетки на 1 см^3 (Δ_3) – 0,01 мл – 1 %.

Значение погрешности аттестованного раствора с вероятностью 0,95 рассчитывают по формуле:

$$\Delta = \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2 + \Delta_3^2} = \sqrt{5^2 + 0,8^2 + 1^2} = 5,2\ \%.$$

Приложение 2
(информационное)

Методика приготовления из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР) радия-226 или свинца-210 образца активности свинца-210 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения

1. Назначение и область применения

Методика регламентирует приготовление из аттестованного образцового радиоактивного раствора радия-226 (свинца-210) образца активности свинца-210 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений низкофоновых бета-радиометров.

Образцы активности используются для периодической градуировки бета-радиометров, т. е. проверки их чувствительности, и для определения метрологических характеристик используемых МВИ.

Образцы активности могут использоваться для контроля точности выполнения измерений по МУК «Свинец-210. Определение удельной активности в пищевых продуктах».

2. Метрологические характеристики

Аттестованное значение – активность в диапазоне 5—10 Бк.

Для приготовления образца активности свинца-210 использовался аттестованный образец радия-226 с концентрацией $1{,}441 \cdot 10^{-9}$ г/г ^{226}Ra, масса раствора 5,3628 г.

Общая активность $A^{226}Ra = 7{,}728 \cdot 10^{-9}$г = 286,0 Бк, дата изготовления март 1988 г.

Активность ^{210}Pb определяется расчетным путем по формуле:

$$A^{210}Pb = A^{226}Ra\,(1\text{-}e^{-\lambda t}),$$ где

$A^{210}Pb$ – активность дочернего свинца-210 при времени накопления t, Бк;

$A^{226}Ra$ – активность аттестованного образца радия-226, Бк;

t – время накопления ^{210}Pb, годы;

T – период полураспада ^{210}Pb, 22,3 лет;

λ – постоянная распада, 0,693/T.

Для данного случая (на март 2003 г.) время накопления свинца-210 – 15 лет.

$t/T = 0{,}67$ и $1\text{-}e^{-\lambda t} = 0{,}374$ [8].

$A^{210}Pb = 286{,}0$ Бк $_{(^{226}Ra)} \cdot 0{,}374 = 106{,}9$ Бк.

Погрешность определения удельной массовой активности 5 % при P = 0,95.

3. Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерения

Установка с малым фоном УМФ-1500	ТУ 25-11-162—68
Установка с малым фоном УМФ-2000	Госреестр № 16294—97
Колбы мерные вместимостью 100 см^3	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1,0; 5,0 см^3	ГОСТ 29277—91

3.2. Вспомогательные устройства

Колонки хроматографические стеклянные с краном (прилож. 5).	
Стаканы термостойкие вместимостью 100, 200 см^3	ГОСТ 25336—82
Воронки диаметром 10,15 см	ГОСТ 25336—82
Стеклянные капельницы объемом 50 см^3	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки длиной 30 см	ГОСТ 25336—82Е

3.3. Реактивы и материалы

Кислота азотная концентрированная, чда, плотность 1,39	ГОСТ 4461—77
Кислота соляная концентрированная, чда, плотность 1,17	ГОСТ 3118—77
Кислота уксусная ледяная	ГОСТ 61—75
Натрий уксуснокислый, 3-водный, чда	ГОСТ 199—78
Аммиак водный, чда	ГОСТ 3760—79
Аммоний (натрий) двухромовокислый, чда	ГОСТ 3763—76
Свинец азотнокислый, чда	ГОСТ 4236—77
Спирт этиловый ректификат	ГОСТ 18300—87
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—79
Метиловый оранжевый, индикатор	ГОСТ 10816
Смола ионообменная, анионит ЭДЭ-10П	ГОСТ 20301—74

4. Процедура приготовления образца активности

Образцовый раствор полностью переносят в мерную колбу объемом 100 см^3, в которую предварительно внесено 50 см^3 2 н HCl, ампулу несколько раз споласкивают 2 н HCl, растворы объединяют, перемешивают и доводят объем до 100 см^3 2 н HCl.

В стакан вместимостью 100 см^3 наливают 30 см^3 2 н соляной кислоты, вносят 1 см^3 носителя свинца, аликвоту образцового радиоактивного раствора (ОРР) радия-226 с общей активностью свинца-210 – 5—10 Бк и проводят приготовление образца активности свинца-210 в твердотельном радиометрическом источнике в соответствии с п.п. 8.2.2—8.2.4 данных МУК.

Выделенный препарат свинца-210 оставляют в эксикаторе для накопления висмута-210 на 30 сут.

Радиометрическое измерение выделенного препарата свинца-210 (висмута-210) производится по п. 9 данной методики.

5. Обработка результатов измерения висмута-210

Чувствительность установки (F) рассчитывают по формуле:

$$F = N_{ср.пр.} / (A \cdot a),$$ где

A – активность свинца-210 в аттестованном растворе, внесенная в пробу, Бк;

$N_{ср\,пр.}$ – средняя скорость счета пробы, с$^{-1}$;

a – поправка на химический выход свинца, доли.

Приложение 3
(справочное)

Таблица накопления (распада) висмута-210. $T_{1/2}$ – 5 сут.

Дни	Значение поправки на накопление	Значение поправки на распад
3	0,34	0,65
4	0,42	0,58
5	0,50	0,50
6	0,58	0,42
7	0,62	0,38
8	0,67	0,33
9	0,71	0,29
10	0,75	0,25
11	0,78	0,22
12	0,81	0,19
13	0,83	0,17
14	0,85	0,15
15	0,87	0,13
16	0,89	0,11
17	0,90	0,10
18	0,91	0,09
19	0,92	0,08
20	0,93	0,07
21	0,94	0,06
22	0,95	0,05
23	0,96	0,04
24	0,96	0,04
25	0,97	0,03
30	1,0	–

Приложение 4
(справочное)

Библиография

1. Ядерный словарь. Международный стандарт ISO – 150921, 1997 г. (E /F/R). Разработан ТКИСО/85, Ядерная энергия.

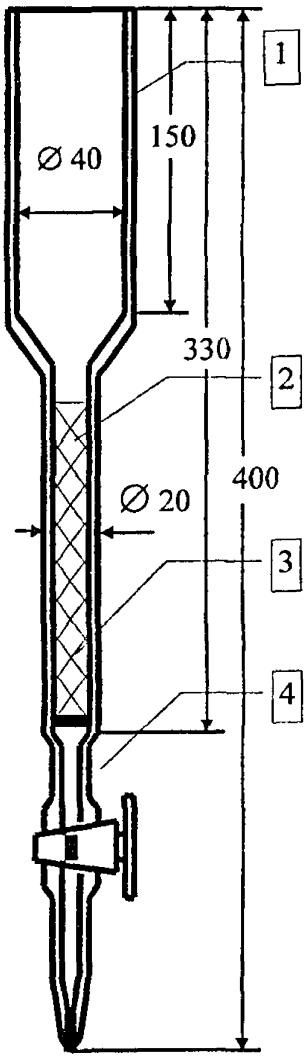
2. Определение свинца-210 в почве, растительности и пищевых продуктах // Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды /Под ред. А. Н. Марея и А. С. Зыковой. М.: Атомиздат, 1980.

3. Сборник методик по определению естественных радиоактивных элементов уран-радиевого ряда в почве, растениях, воде и воздухе / Минздрав СССР. М., 1969.

4. Схемы распада радионуклидов, энергия и интенсивность излучения. Рекомендации МКРЗ. М.: Энергоатомиздат, 1987.

Приложение 5
(обязательное)

Конструкция ионообменной колонки



1 – колонка стеклянная, 2 – смола ионообменная,

3 – волокно лавсановое, 4 – кран стеклянный

Свинец-210. Определение удельной активности в пищевых продуктах

Методические указания МУК 4.3.2502—09

Редакторы Н. В. Кожока, Е. В. Николаева
Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 27.01.10

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,75

Тираж 500 экз. Заказ 2

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 952-50-89

gost.e-ecolog.ru