Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Стронций-90. Определение удельной активности в пищевых продуктах

Методические указания
МУК 4.3.2503—09

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

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

4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Стронций-90. Определение удельной активности в пищевых продуктах

Методические указания
МУК 4.3.2503—09

ББК 51.23
С86

С86 **Стронций-90.** Определение удельной активности в пищевых продуктах: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—32 с.

ISBN 978—5—7508—0834—2

1. Разработаны Федеральным государственным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр им. А. И. Бурназяна» (К. В. Котенко, М. Н. Савкин, Н. А. Богданенко, Н. К. Шандала, Н. Я. Новикова, Н. А. Бусарова, Р. И. Шеина, А. М. Афанасьева).

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 методических указаний № 5778-91 «Стронций-90. Определение в пищевых продуктах» от 04.01.91.

ББК 51.23

Редакторы Н. В. Кожока, Е. В. Николаева
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 28.12.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 2,0

Тираж 500 экз. Заказ 108

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

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

1. Область применения 4
2. Нормативные ссылки 4
3. Термины и определения 5
4. Основные положения 6
5. Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы 8
6. Требования к обеспечению безопасности, экологической безопасности, требования к квалификации исполнителя 10
7. Подготовка к выполнению анализа и измерений 11
8. Выполнение анализа. Определение стронция-90 в пищевых продуктах 15
9. Проведение измерения выделенного препарата иттрия-90 21
10. Обработка результатов измерения иттрия-90 22
11. Оформление результатов измерения 23
12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 23
Приложение 1. Методика приготовления аттестованного раствора стронция-90 ↔ иттрия-90 25
Приложение 2. Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора аттестованного образца активности стронция-90 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения 27
Приложение 3. Значения поправочных коэффициентов на распад и накопление ^{90}Y 30
Приложение 4. Среднее содержание ^{90}Sr в основных пищевых продуктах на территории России 31
Приложение 5. Библиография 32

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

Стронций-90. Определение удельной активности в пищевых продуктах

Методические указания МУК 4.3.2503—09

1. Область применения

Методические указания устанавливают методику выполнения измерения активности стронция-90 (^{90}Sr) в пробах пищевых продуктов.

Данный метод позволяет определить содержание стронция-90 в пищевых продуктах по дочернему иттрию-90 (^{90}Y) тремя способами:

- прямое выделение равновесного иттрия-90 в виде оксалата иттрия;
- прямое выделение иттрия-90 в виде фосфата иттрия;
- выделение иттрия-90 после радиохимической очистки стронция-90.

Диапазон измерений (0,2—200) Бк позволяет использовать методику для определения содержания стронция-90 в пищевых продуктах с целью мониторинга, 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 следующие 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. Основные физико-химические свойства стронция-90

Стронций-90 наиболее важный радиоактивный изотоп стронция, чистый β-излучатель со средней энергией 195,8 кэВ. Период полураспада $T = 28,6$ года. По химическим свойствам сходен с кальцием и барием. При его распаде образуется иттрий-90 со средней энергией 934,8 кэВ и периодом полураспада $T = 61,1$ ч.

Основной путь поступления стронция-90 в организм человека – по пищевым цепям с рационом человека. Стронций-90, являясь остеотропным элементом, накапливается в костной ткани и вносит основной вклад в дозу внутреннего облучения.

Для наблюдения и контроля за уровнем поступления стронция-90 в организм человека с рационом производят измерение содержания его в пищевых продуктах.

Полученные значения удельной активности стронция-90 в пищевых продуктах позволяют проследить за динамикой накопления его в организме и оценить дозу внутреннего облучения.

4.2. Метод определения

Метод определения стронция-90 основан на переводе данного радионуклида в раствор путем растворения золы пищевых продуктов в концентрированной азотной кислоте. В зависимости от группы пищевых продуктов и степени их загрязненности стронций-90 определяется тремя способами:

1) прямое выделение равновесного ^{90}Y в виде оксалата иттрия;

2) прямое выделение ^{90}Y в виде фосфата иттрия;

3) выделение ^{90}Y после радиохимической очистки ^{90}Sr.

Измерение выделенного препарата ^{90}Sr производится по дочернему ^{90}Y на низкофоновых радиометрах или бета-спектрометрах в режиме измерения проб после радиохимического анализа, отградуированных по ^{90}Y, при минимальной измеряемой активности 0,2—0,5 Бк в счетном образце.

Значение чувствительности радиометров определяется при градуировке установки с использованием образцового радиоактивного раствора $^{90}Sr \leftrightarrow {}^{90}Y$ (прилож. 1, 2).

Длительность анализа – 12 ч (без подготовки проб к анализу и накопления дочернего ^{90}Y). Один лаборант одновременно может делать 4 пробы.

4.3. Требования к погрешности измерения и приписные характеристики погрешности измерения

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 $P = 0,95$), $\pm \delta_c$, %
Стронций-90 Диапазон измерений от 0,2 Бк до 200 Бк	11	15	10	35

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

5. Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

5.1. Основные средства измерения

Таблица 5.1

Средства измерений, рекомендуемые при использовании методики

Наименование средств измерений	Обозначение стандарта, ТУ, ТД на изготовление	Наименование измеряемой физической величины	Погрешность (на уровне $A_{мин}$)
Установка с малым фоном-УМФ-1500	ТУ 25-11-162—68	Скорость счета, $с^{-1}$	25 % при P = 0,95
Бета-радиометр УМФ-2000	№ Госреестра 16294—97	Скорость счета, $с^{-1}$	25 % при P = 0,95
Бета-спектрометр «Прогресс»	ТУ 4362-001-31867313—95	Скорость счета, $с^{-1}$	50 % при P = 0,95
Образцовый радиоактивный раствор (ОРР) стронция-90	ТУ И-170—71	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—2001	Масса, г	Погрешность 2 % 0,0005 г
Секундомер	ГОСТ 5072	с	0,2 с
Плазменный фотометр или атомно-абсорбционный фотометр с плазменной ионизацией		Масса, г	4 % при P = 0,95
Весы лабораторные равноплечие	ГОСТ 24104—2001	Масса, г	0,05 г

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

5.2. Вспомогательное оборудование

Шкаф сушильный термостатируемый ГОСТ 3765—78

Печь муфельная с терморегулятором до 1 000 °С (типа СНОЛ) ТУ 16-681.051—84

Плитка электрическая ГОСТ 14919—83

Лампа зеркальная 3 М-8, 220 × 500 для сушки проб

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
Центрифуга	ТУ 5-375-4260—76
Эксикатор	ГОСТ 25336—82
Центрифужные пробирки на 10 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Колбы мерные – 50, 100, 500, 1 000, 2 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Стаканы термостойкие вместимостью 50, 100, 150, 200, 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы конические вместимостью 500, 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Воронки диаметром 5, 10 и 15 см	ГОСТ 25336—82
Чашки выпарительные фарфоровые вместимостью 150—200 мл	ГОСТ 9147—80
Фильтры бумажные беззольные «белая лента» диаметром 9,0, 12,5 и 15,0 см	ТУ 6-09-1678—86
Бумага фильтровальная лабораторная	ГОСТ 12026—76
Стеклянные палочки длиной 30 см (толстые) и 15 см (тонкие)	
Стеклянные капельницы объемом 25 и 50 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Бумага индикаторная универсальная для определения pH от 1,0 до 10,0	ТУ 6-09-1181—76

5.3. Реактивы

Стронций азотно-кислый, чда, водный раствор, 50 $мг/см^3$ по стронцию	ГОСТ 5429—74
Иттрий азотно-кислый, хч, водный раствор, 25 $мг/см^3$ по иттрию	ТУ 6-09-4676—78
Стронций хлористый, 6-водный, чда, водный раствор, 50 $мг/см^3$ по стронцию	ГОСТ 4140—74
Церий азотно-кислый, чда, водный раствор, 20 $мг/см^3$ по церию	ТУ 6-09-4081—75
Кислота азотная, уд. вес 1,36, хч	ТУ 6-09-4676—78
Кислота щавелевая, 8 %-й раствор, хч	ГОСТ 22180—76
Аммиак водный 25 %-й, чда	ГОСТ 3760—79
Аммиак, водный раствор без CO_2	
Перекись водорода 30 %-й раствор, чда	ГОСТ 10929—79
Калий бромноватисто-кислый кристаллический и насыщенный водный раствор, чда	ГОСТ 4457—74
Калий йодновато-кислый, чда, 10,0 и 0,5 %-й растворы в 6 н азотной кислоте	ГОСТ 4202—75

Калий фосфорно-кислый однозамещенный, чда, 10 %-й раствор	ГОСТ 4198—75
Калий фосфорно-кислый двузамещенный, чда, 10 %-й раствор	ГОСТ 2493—75
Кислота соляная, хч	ГОСТ 3118—77
Кислота соляная, 6 н раствор	
Кислота уксусная, хч	ГОСТ 61—75
Аммоний углекислый, хч, раствор углекислого аммония насыщенный	ГОСТ 3762—78
Барий хлористый, хч, водный раствор, 30 мг/см^3 по барию	ГОСТ 4106—72
Железо хлорное, 6-водное, водный раствор, 10 мг/см^3 по железу	ГОСТ 4147—74
Натрий хромово-кислый, чда, 3 н водный раствор	ТУ 6-09-91—76
Спирт этиловый, ректификат	ГОСТ 18300—87
Аммоний уксусно-кислый, чда, 3 н водый раствор	ГОСТ 3117—78
Кальций азотно-кислый, 4-водный, чда	ГОСТ 4142—74
Натрий углекислый, безводный	ГОСТ 83—79

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, 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. Подготовка проб для проведения радиохимического определения

Озоление проб проводится тремя способами в зависимости от вида продуктов и содержания в них радионуклидов. Масса пробы, необходимая для получения достоверных результатов, рассчитывается в соответствии с уровнем минимально измеряемой активности (МИА), используемой измерительной аппаратуры, погрешностью измерения не хуже 60 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ и ожидаемой удельной активности радионуклидов в пищевых продуктах на уровне среднего содержания на территории России.

$$M = A_{мин} / A_n \; a \; b \text{ (кг), где}$$

M – масса продукта, кг;

$A_{мин}$ – минимально измеряемая активность, Бк;

A_n – предполагаемая удельная активность продукта, Бк/кг;
a – поправка на потери при подготовке проб к анализу (0,5—0,8);
b – поправка на химический выход носителя (0,8).

7.1.1. Подготовка проб растительных пищевых продуктов

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

Сухую пробу переносят в фарфоровые чашки и нагревают на электроплитке или под инфракрасной лампой до полного обугливания. Пересыпают в фарфоровые тигли или чашки меньшего размера и помещают в муфельную печь для озоления при 600—700 °С. При необходимости совместного определения в пробе стронция-90 и цезия-137 (^{137}Cs) озоление производят при 400—500 °С во избежание потерь ^{137}Cs. Всю полученную золу используют для анализа.

7.1.2. Подготовка пищевых продуктов животного происхождения методом термического разложения

Мясо животных отделяют от костей, нарезают мелкими кусками. Рыбу чистят, отделяют внутренности, голову, плавники, крупную рыбу отделяют от костей, нарезают тушки мелкими кусками. Творог, сыр помещают в фарфоровые чашки. Навеску пробы (2,0—5,0 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 600—700 °С или при 400—500 °С при совместном определении ^{90}Sr и ^{137}Cs.

7.1.3. Подготовка проб пищевых продуктов животного происхождения методом кислотного озоления

Методика предназначена для переведения в раствор проб мяса, молочных продуктов (сгущенного и концентрированного молока, масла, творога, сыра и т. д.) с уровнем суммарной β-активности 37 Бк/кг и выше. Рекомендуемый объем пробы не более 0,5 кг.

Метод основан на полной минерализации органических проб концентрированной азотной кислотой и перекисью водорода при нагревании. Необходимые реактивы и посуда по п.п. 5.2, 5.3.

Ход анализа.

В стакан емкостью 2 л помещают 500 см^3 концентрированной азотной кислоты, нагревают до кипения и при перемешивании порциями (10—20 г) постепенно вносят растворяемую пробу. Обычно эта опера-

ция занимает от 1 до 2 ч, в зависимости от объема и характера пробы. Особое внимание нужно обратить на возможность обильного образования пены при сжигании жирных сортов мяса, масла, сгущенного молока с сахаром и соблюдать при растворении особую осторожность. После того как вся масса продукта внесена в стакан, вносят растворы носителей иттрия, стронция, цезия и, продолжая кипячение, порциями (5—10 $см^3$) добавляют перекись водорода до полного разложения пробы (прекращение выделения бурых паров и осветление раствора). По мере уменьшения объема кислоты, если проба еще полностью не разложилась, добавляют еще 200—500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты.

Обычно для разложения 0,5 кг пробы достаточно 250—500 $см^3$ азотной кислоты и 100—200 $см^3$ перекиси водорода. После полного разложения пробу охлаждают, застывший жир удаляют, промывают его в отдельной чашке или стакане 6 н азотной кислотой, промывной раствор присоединяют к основному. Раствор кипятят еще 10—20 мин до полного разложения перекиси водорода (прекращение выделения мелких пузырьков), доливают равным объемом дистиллированной воды. Из теплого раствора осаждают оксалаты щелочно-земельных металлов, для чего вносят 10—20 $см^3$ 8 %-й щавелевой кислоты или насыщенный раствор щавелево-кислого аммония и приливают 25 %-й раствор аммиака до pH 1,5. В осадке оксалатов определяют содержание стронция-90. В фильтрате при необходимости можно определить содержание цезия-137 и цезия-134.

7.2. Приготовление реактивов

Стронций азотно-кислый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по стронцию. 17,26 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Иттрий азотно-кислый, водный раствор, 25 мг/$см^3$ по иттрию. 107,7 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Церий азотно-кислый, 6-водный, водный раствор 20 мг/$см^3$ по церию. 61,98 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Кислота щавелевая, 8 %-й раствор. 80 г кислоты растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Азотная кислота, водный раствор, 6 н. Разводят концентрированную азотную кислоту дистиллированной водой до плотности 1,190.

Калий йодновато-кислый, 10 %-й раствор в 6 н азотной кислоте. 100 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ 6 н азотной кислоты.

Калий йодновато-кислый, 0,5 %-й раствор в 6 н азотной кислоте. 5 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ 6 н азотной кислоты.

Калий фосфорно-кислый однозамещенный, 10 %-й раствор. 100 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Калий фосфорно-кислый двузамещенный, 10 %-й раствор. 100 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Соляная кислота, 6 н. Концентрированную кислоту разбавляют дистиллированной водой до плотности 1,096.

Аммоний углекислый, одноводный, насыщенный раствор. 755 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Натрий хромово-кислый, 10-водный, 3 н водный раствор. 342,15 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Аммоний уксусно-кислый, 3 н водный раствор. 231 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Цезий азотно-кислый, водный раствор, 20 $мг/см^3$ по цезию. 29,34 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Железо хлорное, 6-водное, водный раствор, 10 $мг/см^3$ по железу. 48,0 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Щавелевая кислота, 1 %-й раствор. 10 г кислоты растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Соляная кислота, 1 н. Разбавляют 85 $см^3$ концентрированной соляной кислоты чда дистиллированной водой до 1 000 $см^3$.

Щавелевая кислота, насыщенный раствор. Растворяют 100 г кислоты в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Стронций хлористый, 6-водный, водный раствор, 50 $мг/см^3$ по стронцию. 21,74 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Барий хлористый, 2-водный, водный раствор, 30 $мг/см^3$ по барию. 53,40 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Аммоний щавелево-кислый, 2 %-й раствор. 20 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Уксусная кислота, 6 н раствор. 350 $см^3$ ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 1 000 $см^3$.

Аммиак безугольный. 50 г $Ca(NO_3)_2$ растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды с добавлением 20 % NaOH до полного выпадения осадка $Ca(OH)_2$. Осадок оставляют на 24 ч. Затем отфильтровывают осадок, промывают 3—4 раза аммиачной водой (1 : 10). Осадок переносят в стакан, разбавляют водой до 600 $см^3$. Взбалтывают 3—4 раза в течение дня и оставляют отстаиваться. 200 $см^3$ осветленного раствора приливают к 800 $см^3$ концентрированного аммиака и оставляют на 4 сут. Через 4 сут. безугольный аммиак готов к использованию при анализе.

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-ти 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:

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

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 стронция-90 в пищевых продуктах

8.1. Прямое выделение иттрия-90 в виде оксалата

Метод предназначен для определения стронция-90 в продуктах как животного, так и растительного происхождения, загрязненных цезием-137, цезием-134; присутствие радиоизотопов Ce, Zr, Ru допускается в соизмеримых по активности количествах со стронцием-90. Содержание стронция-90 определяют по дочернему иттрию-90, который осаждают вместе с носителем в виде оксалатов. Очистку иттрия от редкоземельных элементов производят отделением их в виде йодата.

Ход анализа.

К навеске золы массой 3,0—6,0 кг сырого веса, помещенной в термостойкий стакан емкостью 250 $см^3$, приливают по 1 $см^3$ растворов носителей стронция, иттрия, церия, цезия. Золу растворяют в 25 $см^3$ концентрированной HNO_3, прибавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают до кипения на плитке, охлаждают и полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр (синяя лента).

Не растворившиеся частицы отбрасывают. Если остается большой не растворившийся остаток, то его высушивают и озоляют повторно при 400—500 °С, растворяют в разбавленной 1 : 2 HNO_3 при нагревании, фильтраты объединяют. К фильтрату прибавляют 10 $см^3$ 8 %-й щавелевой кислоты, нагревают, приливают 25 %-й раствор аммиака до pH = 1,5. Раствор с осадком выдерживают в течение 5—10 мин на кипящей водяной бане, затем охлаждают и осадок фильтруют через фильтр (синяя лента). Фильтрат оставляют для определения в нем при необходимости цезия-137, 134, а осадок, содержащий весь иттрий и часть щелочноземельных элементов, промывают 2 раза 1 %-м раствором $H_2C_2O_4$, подсушивают под лампой и сжигают в муфеле при 600—700 °С.

Полученные при прокаливании карбонаты растворяют при нагревании в минимальном количестве 6 н HNO_3 и добавляют 50 $см^3$ H_2O. Быстро доводят pH раствора до 11 безугольным аммиаком, нагревают на водяной бане в течение 10 мин и центрифугируют выпавший осадок $Y(OH)_3$ (избыток аммиака ведет к частичному растворению $Y(OH)_3$). Жидкую фазу отбрасывают. Отмечают время осаждения гидроокиси (между первым осаждением оксалатов и осаждением $Y(OH)_3$ должно пройти не более 2—4 ч).

Для отделения ^{144}Ce гидроокись иттрия растворяют в 10 $см^3$ концентрированной HNO_3, добавляют 1 $см^3$ раствора носителя церия и разбавляют водой до 20—25 $см^3$. Прибавляют 50—100 мг кристаллического бромата калия при перемешивании до полного растворения.

Йодат церия осаждают медленным добавлением 5—10 $см^3$ 10 %-го раствора KIO_3 в азотной кислоте (1 : 2) при непрерывном перемешивании и охлаждении в ледяной воде. Выпавший осадок йодата церия оставляют на 15—20 мин, затем отделяют центрифугированием, промывают 0,5 %-м раствором KIO_3 и отбрасывают.

Раствор и промывочные воды кипятят с добавлением перекиси водорода. В растворе проводят трехкратное переосаждение гидроокиси иттрия. После каждого осаждения гидроокись растворяют в 2—5 $см^3$ концентрированной HNO_3 с добавлением 50 $см^3$ воды.

Последний осадок $Y(OH)_3$ растворяют в 2—5 $см^3$ концентрированной HNO_3, разбавляют 50 $см^3$ воды и нагревают на плитке или на водяной бане. К горячему раствору прибавляют 10 $см^3$ 8 %-ной щавелевой кислоты и доводят pH до 1,5 концентрированной NH_4OH. Смесь нагревают 5 мин на водяной бане и центрифугируют. Раствор отбрасывают. Осадок оксалатов в центрифужной пробирке три раза промывают порциями этилового спирта по 5 $см^3$, затем просушивают в сушильном шкафу при 110 °С (30 мин). Вместо сушки оксалат может быть прокален при 700—800 °С в течение 1 ч. В этом случае весовой формой будет Y_2O_3.

Оксалат (или окись) иттрия наносят на стандартную подложку, взвешивают для расчета химического выхода носителя и измеряют бета-активность иттрия-90.

Выделенный препарат иттрия-90 проверяют на радиохимическую чистоту методом определения периода полураспада. Проверка выделенного препарата иттрия-90 на радиохимическую чистоту проводится сравнением ряда измерений скорости счета препарата с интервалом времени 3 сут.

Величину химического выхода определяют как отношение количества носителя, измеренного после проведения анализа, к количеству его, добавленного в пробу. Относительная погрешность определения химического выхода носителя составит не более 2 %.

8.2. Прямое выделение равновесного иттрия-90 в виде фосфата иттрия

Метод предназначен для определения стронция-90 в продуктах животноводства (молоко, мясо-молочные продукты, кости).

Метод основан на выделении равновесного иттрия-90 из растворов золы молока, молочных продуктов, костей в виде фосфата иттрия. Метод применим только в тех случаях, когда в пробах к моменту анализа существует радиоактивное равновесие между стронцием-90 и иттрием-90.

Ход анализа.

Золу молока растворяют в 50—100 $см^3$ 6 н раствора соляной кислоты. Прибавляют раствор носителя иттрия (100 мг по Y_2O_3). Разбавляют водой в 2 раза и нагревают до 70—80 °С. Осаждают фосфат иттрия, приливая при энергичном перемешивании небольшие порции безугольного аммиака до pH = 3 (для костей pH 1,5—2,0).

Выделенный осадок фосфата иттрия, содержащий небольшую часть кальция, отфильтровывают, промывают тремя небольшими порциями горячей воды (70—80 °С). Записывают время отделения иттрия-90

(час, день, месяц) от стронция-90. Фосфат иттрия растворяют при нагревании в 30—40 мл 2 н HCl, добавляют 10 $см^3$ 10 %-го одно- или двузамещенного фосфата калия или 1,0 $см^3$ H_3PO_4, разбавляют до 150 $см^3$ H_2O и осаждают фосфат безугольным аммиаком при pH = 3,0.

Осадок фосфата иттрия растворяют в горячей (60—70 °С) 2 н соляной кислоте (50—100 $см^3$), приливают 10—20 $см^3$ насыщенного раствора щавелевой кислоты и осаждают оксалат иттрия, приливая аммиак до pH = 1,5—2,0. Осадок отфильтровывают через бумажный фильтр (синяя лента) и три раза промывают порциями 5 $см^3$ холодного 2 %-го раствора щавелево-кислого аммония, после чего осадок высушивают и прокаливают в муфельной печи при 600 °С в течение часа.

Прокаленный осадок растворяют в необходимом (30—50 $см^3$) объеме 2 н соляной кислоты, кипятят до удаления CO_2, разбавляют до 100 $см^3$ горячей (70—80 °С) дистиллированной водой и безугольным аммиаком осаждают гидроокись иттрия. Осадок отфильтровывают. Отфильтрованный и промытый горячей дистиллированной водой (с добавкой безугольного аммиака) осадок гидроокиси иттрия вновь растворяют в 30—50 $см^3$ 2 н соляной кислоты, нагревают до кипения, приливают 5—10 $см^3$ насыщенного раствора щавелевой кислоты и аммиаком доводят pH до 1,5 для осаждения оксалата иттрия.

После охлаждения осадок отфильтровывают, промывают 2 %-м раствором щавелево-кислого аммония, высушивают и переносят на взвешенную подложку. Смачивают осадок 3—5 каплями спирта для равномерного распределения и закрепления осадка на подложке. Подложку с осадком высушивают. Вычисляют химический выход иттрия. Измеряют скорость счета препарата и рассчитывают концентрацию стронция-90 в пробе. Выделенный препарат иттрия-90 проверяют на радиохимическую чистоту.

Определение химического выхода и проверка на радиохимическую чистоту приводятся в соответствии с п. 8.1.

8.3. Выделение иттрия-90 после радиохимической очистки

Метод основан на выделении стронция-90 из соляно-кислого раствора золы пищевых продуктов, радиохимической очистки его от мешающих примесей и последующем определении его по дочернему иттрию-90. Выход носителя стронция определяют пламенно-эмиссионным методом.

Метод применим в случае свежих выпадений стронция-90.

Ход анализа.

Навеску золы массой от 0,5 до 3,0 кг сырого веса продукта помещают в термостойкий стакан емкостью 250—500 $см^3$, вносят носитель стронция (50 мг в расчете на металл), иттрия, цезия и церия (по 20—25 мг по металлу). Растворяют золу в 6 н HCl при кипячении. Не растворившийся остаток фильтруют через фильтр (белая лента), промывают дистиллированной водой, подкисленной 2—3 каплями 6 н HCl и отбрасывают.

К полученному раствору прибавляют концентрированный аммиак до pH = 8, при этом осаждаются гидроокиси железа, алюминия, иттрия, марганца и соосаждаются свинец, уран и другие радионуклиды; pH среды контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги. Дают осадку скоагулироваться в течение 5—10 мин.

Гидроокиси из горячего раствора фильтруют через бумажный фильтр (белая лента). Осадок на фильтре и коническую колбу промывают по 2—3 раза горячей дистиллированной водой без CO_2 с добавлением 2—3 капель аммиака.

К полученному фильтрату осторожно прибавляют 15—20 г соли углекислого аммония (при отсутствии углекислого аммония применяют для осаждения карбонатов углекислый натрий безводный) и нагревают до тех пор, пока раствор над осадком карбонатов не станет прозрачным, затем прибавляют 3—5 $см^3$ насыщенного раствора углекислого аммония для проверки полноты осаждения. Если не наблюдается помутнения раствора, то осаждение карбонатов проведено полностью.

Осветленную часть раствора декантируют, а оставшийся раствор с осадком карбонатов фильтруют через бумажный фильтр (белая лента). Колбу и фильтр промывают 2—3 раза дистиллированной водой. Осадок карбонатов на фильтре растворяют минимальным объемом 6 н HCl. Оставшийся осадок на стенках колбы также растворяют 6 н HCl и объединяют с основным раствором. Колбу и фильтр промывают по 2—3 раза горячей подкисленной водой. Общий объем раствора должен быть 50—60 $см^3$.

При анализе проб, загрязненных «свежими» продуктами деления (до 4-х мес.), необходима радиохимическая очистка стронция от бария. Для этого в раствор, полученный после растворения карбонатов, вносят 1 $см^3$ хлористого бария (30 мг в расчете на Ba), раствор нейтрализуют аммиаком до pH 4,0—5,0 и добавляют 50 $см^3$ буферной смеси (10 $см^3$ 6 н уксусной кислоты и 40 $см^3$ 3 н уксусного аммония). К раствору добавляют 2 $см^3$ 3 н раствора хромово-кислого натрия и нагревают в течение

20—30 мин до коагуляции осадка (потирая стеклянной палочкой по стенкам стакана). К раствору с осадком хромата бария снова прибавляют 1 $см^3$ раствора хлористого бария, нагревают в течение 20—30 мин. Пробу охлаждают, выпавший осадок отфильтровывают, промывают 3 раза дистиллированной водой по 10 $см^3$ и отбрасывают. Раствор подкисляют и продолжают анализ.

В этот раствор вносят 1 $см^3$ $FeCl_3$ (10 мг в пересчете на Fe) и кипятят 10—15 мин для удаления CO_2, добавляют небольшими порциями аммиак без CO_2 до образования гидроокисей железа и иттрия, контролируя реакцию раствора с помощью индикаторной бумаги (pH = 8). Осадок гидроокисей фильтруют через бумажный фильтр (белая лента), промывают 2—3 раза дистиллированной горячей водой без CO_2, содержащей несколько капель аммиака. Время отделения гидроокисей фиксируют. Осадок отбрасывают, из раствора осаждают карбонаты.

Фильтрат подкисляют 2 $см^3$ 6 н HCl, вносят носитель иттрия (15 мг в расчете на металл) и оставляют для накопления иттрия-90.

Через 14 сут. раствор кипятят 15—20 мин для удаления CO_2 и осаждают гидроокись иттрия безугольным аммиаком при pH 8 по индикаторной бумаге.

При необходимости быстрого получения результатов выделение иттрия-90 можно проводить через 3—5 сут., не дожидаясь наступления равновесия стронция-90 и иттрия-90. При расчете содержания стронция-90 следует вносить поправку – коэффициент, учитывающий накопление иттрия-90 (прилож. 3).

Горячий раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр (белая лента), осадок промывают 2—3 раза горячей водой с добавлением нескольких капель аммиака. Время отделения иттрия от стронция записывают. Фильтрат оставляют для определения химического выхода стронция. Химический выход определяют пламенно-эмиссионным методом. Погрешность определения выхода носителя составляет 4 %.

Осадок на фильтре растворяют в минимальном объеме 6 н HCl. Фильтр промывают подкисленной дистиллированной водой и вносят раствор хлорида или нитрата стронция – 5—10 мг в расчете на металл.

Повторяют осаждение гидроокиси иттрия аммиаком (без CO_2). Раствор с осадком центрифугируют, раствор отбрасывают, осадок промывают 2 раза дистиллированной водой без CO_2 с добавлением 2—3 капель аммиака. Центрифугируют, раствор отбрасывают. Вместо центрифугирования допустимо фильтрование гидроокисей через бумажный фильтр

(белая лента) и оксалатов через бумажный фильтр (синяя лента). В обоих случаях осадок промывается на фильтре.

Осадок в пробирке растворяют минимальным объемом 1 н HCl, добавляя кислоту по каплям до полного растворения осадка. К полученному раствору (1,0—1,5 $см^3$) добавляют насыщенный раствор щавелевой кислоты до объема 8—10 $см^3$ и ставят на водяную баню для коагуляции осадка оксалата иттрия (10 мин).

Содержимое пробирки центрифугируют, раствор сливают, а осадок промывают дважды горячей дистиллированной водой и 1 раз этиловым спиртом (4—5 $см^3$), каждый раз жидкую и твердые фазы разделяют центрифугированием. Жидкую фазу отбрасывают. Осадок оксалата иттрия переносят этиловым спиртом на предварительно взвешенную алюминиевую подложку (d = 2 см), сушат под зеркальной лампой (50 °С) до постоянного веса. Осадок с подложкой взвешивают для определения химического выхода иттрия, аналогично п. 8.1. Подложку с осадком измеряют на низкофоновой β-радиометрической установке. Определение радиохимической чистоты полученного препарата проводится в соответствии с п. 8.1.

9. Проведение измерения выделенного препарата иттрия-90

9.1. Радиометрический метод измерения иттрия-90

Исследуемый препарат иттрия-90 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:

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

$N_{i\,пр.}$ – скорость счета пробы с фоном, $с^{-1}$;
$N_{ф}$ – скорость счета фона установки, $с^{-1}$;
n – число измерений.

9.2. Спектрометрическое измерение иттрия-90

Спектрометрическое измерение производят в соответствии с методикой измерения на бета-спектрометре и программным обеспечением в режиме измерения проб после радиохимического выделения.

10. Обработка результатов измерения иттрия-90

10.1. Обработка результатов радиометрического измерения иттрия-90

Активность (A) стронция-90 (по иттрию-90) в пищевых продуктах рассчитывают по формуле:

$$A = N_{ср.пр.}/(a \cdot b \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot F), \text{ Бк, где} \quad (4)$$

$N_{ср.пр.}$ – средняя скорость счета пробы, $с^{-1}$;
a – поправка на химический выход иттрия, доли;
b – поправка на химический выход стронция, доли;
f_1 – коэффициент, учитывающий распад иттрия-90 от момента отделения иттрия-90 от стронция-90 до момента измерения бета-излучения (прилож. 1);
f_2 – коэффициент, учитывающий накопление иттрия-90 в растворе стронция-90 до момента измерения бета-излучения (прилож. 1);
F – чувствительность установки (по свидетельству об аттестации СИ).

Удельную активность ($A_{уд}$) стронция-90 (по иттрию-90) рассчитывают по формуле:

$$A_{уд} = A/P_o, \text{ Бк/кг, где} \quad (5)$$

P_o – вес пробы, взятой на анализ, кг.

10.2. Обработка результатов бета-спектрометрического измерения иттрия-90

Обработка результатов при спектрометрическом измерении производится в соответствии с программой расчета для конкретного спектрометра.

11. Оформление результатов измерения

Результат измерения ($A_{уд}$) должен быть представлен в виде:

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

$A_{уд}$ – активность стронция-90 (по иттрию-90), Бк/кг;

Δ – значение характеристики погрешности, Бк/кг (из свидетельства о МА МВИ);

δ – относительная среднеквадратическая погрешность при вероятности $P = 0{,}95$, %;

$\Delta = 0{,}01\ \delta A$, значения δ приведены в табл. 4.1.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$A_{уд} \pm \Delta_л, (P = 0{,}95), \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \text{ где}$$

$A_{уд}$ – результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики, Бк/кг;

$\pm \Delta_л$ – 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 иттрия-90 в образце для контроля;

C – аттестованное значение образца для контроля.

12.2.3. Норматив контроля K 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 регламентируются Руководством по качеству лаборатории.

Приложение 1
(информационное)

Методика приготовления аттестованного раствора $^{90}Sr \leftrightarrow {}^{90}Y$

1. Назначение и область применения методики

Методика устанавливает приготовление из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР) $^{90}Sr \leftrightarrow {}^{90}Y$ образца активности $^{90}Sr \leftrightarrow {}^{90}Y$ 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 «Стронций-90. 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 $5 \pm 0{,}5$ 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 образцового радиоактивного раствора аттестованного образца активности стронция-90 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения

Государственный научный центр – Институт биофизики

1. Назначение и область применения

Методика регламентирует приготовление из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности стронция-90 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений низкофоновых бета-радиометров или бета-спектрометров, аттестованных в соответствующем порядке.

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 «Стронций-90. Определение удельной активности в пищевых продуктах».

2. Метрологические характеристики

Для определения чувствительности используется аттестованный раствор (смесь), приготовленный в лабораторных условиях в соответствии с РМГ 60-2003 из ОРР $^{90}Sr \leftrightarrow {}^{90}Y$ (прилож. 3).

3. Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерения

Колбы мерные вместимостью 25, 100 см^3	ГОСТ 1770—74У
Пипетки 1,0, 5,0 см^3	ГОСТ 29227—91
Радиометр низкофоновый УМФ-6, бета-спектрометр «Прогресс-бета»	

3.2. Вспомогательные устройства и материалы

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
Фильтры бумажные беззольные «белая лента» диаметром 9,0, 12,5 и 15,0 см	ТУ 6-09-1678—86
Папиросная или конденсаторная бумага	
Клей канцелярский	

3.3. Реактивы и материалы

Стронций азотно-кислый, водный раствор, 50 мг/см^3 по стронцию	
Иттрий азотно-кислый, водный раствор, 25 мг/см^3 по иттрию	
Кислота щавелевая, 8 %-й раствор	
Кислота азотная, уд. вес 1,36, хч	ТУ 6-09-4676—78
Азотная кислота, водный раствор, 6 н;	
Аммиак водный 25 %-ный, чда	ГОСТ 3760—79
Аммиак, водный раствор без CO_2	
Аммоний углекислый, хч, раствор углекислого аммония насыщенный	ГОСТ 3762—78
Метиловый оранжевый, индикатор	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—79
Спирт этиловый, ректификат	ГОСТ 18300—67

4. Процедура приготовления образца активности

Исходя из удельной активности, указанной в паспорте образцового раствора, рассчитать объем приготовленного аттестованного раствора, который необходимо взять для получения активности 10—20 Бк в твердотельном радиометрическом источнике стронция-90. При этом относительная случайная погрешность измерения пробы должна быть не выше 5 % при $P = 0,95$.

В стакан вместимостью 100 см^3 вносят 30—40 см^3 6 н HNO_3, 50 см^3 дистиллированной воды, в качестве носителей вносят по 1 см^3 титрованного раствора соли стронция и иттрия. Пипеткой отмеряют необходимый объем аттестованного раствора стронция-90 в равновесии с иттрием-90.

Быстро доводят безугольным аммиаком раствор до pH = 11, нагревают на водяной бане в течение 10 мин и центрифугируют выпавший осадок $Y(OH)_3$. Отмечают время осаждения гидроокиси иттрия. Осадок растворяют в концентрированной HNO_3, разбавляют 50 см^3 дистиллированной воды, нагревают на плитке или водяной бане. К горячему раствору прибавляют 10 см^3 8 %-й щавелевой кислоты или насыщенного

раствора щавелево-кислого аммония и доводят pH до 1,5 концентрированным NH_4OH. Осадок фильтруют через фильтр «синяя лента», промывают водой с несколькими каплями аммиака (аммиачной водой), затем три раза этиловым спиртом, высушивают на воздухе и прокаливают в муфеле при 600—700 °С в течение часа. Весовой формой будет оксид иттрия (Y_2O_3).

При работе на установках с торцовым счетчиком типа СБТ-13 твердый экстракт поместить на подложку, диаметр которой зависит от окна счетчика, или в измерительную кювету бета-спектрометра.

Оксид иттрия наносят на стандартную подложку, взвешивают для определения химического выхода носителя и измеряют бета-активность иттрия-90.

При работе на установках с цилиндрическим счетчиком типа СТС-5 (СТС-10) осадок иттрия-90 нанести на мишень из кальки размером 3 × 6 см (рабочая поверхность) и заклеить папиросной или конденсаторной бумагой. Измерение выделенного препарата иттрия-90 проводится в соответствии с п.п. 9.1, 9.2 МВИ.

5. Обработка результатов измерения иттрия-90

Чувствительность установки (F) рассчитывают по формуле:

$$F = N_{ср.пр.}/(A \cdot a \cdot f), \text{ где}$$

A – активность стронция-90 в аттестованном растворе, внесенная в пробу;

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

a – поправка на химический выход иттрия-90;

f – коэффициент, учитывающий распад иттрия-90 от момента выделения до момента измерения бета-излучения.

Приложение 3
(справочное)

Значения поправочных коэффициентов на распад и накопление ^{90}Y

Время (t) распада (накопления), ч	Поправка на распад, ($e^{-\lambda t}$)	Поправка на накопление, ($1 - e^{-\lambda t}$)	Время (t) распада (накопления), ч	Поправка на распад, ($e^{-\lambda t}$)	Поправка на накопление, ($1 - e^{-\lambda t}$)
3	0,97	0,03	120 (5 сут.)	0,27	0,73
6	0,93	0,07	144 (6 сут.)	0,20	0,80
9	0,91	0,09	166 (7 сут.)	0,17	0,84
12	0,88	0,12	192 (8 сут.)	0,12	0,86
24	0,77	0,23	216 (9 сут.)	0,09	0,91
36	0,68	0,32	240 (10 сут.)	0,07	0,93
48	0,59	0,41	264 (11 сут.)	0,06	0,94
64	0,5	0,5	288 (12 сут.)	0,04	0,96
72 (3 сут.)	0,47	0,53	312 (13 сут.)	0,03	0,97
96 (4 сут.)	0,35	0,65	360 (15 сут.)	0,02	0,98

Приложение 4
(справочное)

Среднее содержание ^{90}Sr в основных пищевых продуктах на территории России

Продукт	Предполагаемая удельная активность в продуктах, Бк/кг
Молоко	0,04
Картофель	0,16
Хлеб	0,05
Овощи	0,07
Мясо	0,05
Рыба (тушка)	0,10
Ягоды дикорастущие	0,50
Грибы	0,10

Приложение 5
(справочное)

Библиография

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

2. 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. Определение стронция-90 в пищевых продуктах.

3. Методические указания № 5778-91 «Стронций-90. Определение в пищевых продуктах». Министерство здравоохранения СССР. М., 1991.

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

gost.e-ecolog.ru