Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Цезий-137. Определение удельной активности в пищевых продуктах

**Методические указания**
**МУК 4.3.2504—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

# Цезий-137. Определение удельной активности в пищевых продуктах

**Методические указания**
**МУК 4.3.2504—09**

ББК 51.23
Ц31

Ц31 **Цезий-137.** Определение удельной активности в пищевых продуктах: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—24 с.

ISBN 978—5—7508—0830—4

1. Разработаны Федеральным государственным учреждением «Федеральный медицинский биофизический центр им. А. И. Бурназяна» (К. В. Котенко, Ю. А. Щагин, Н. Я. Новикова, Н. А. Бусарова, А. М. Афанасьева, Н. А. Богданенко, Ю. С. Степанов).

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 № 5779-91 «Цезий-137. Определение в пищевых продуктах».

**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. 1,5

Тираж 500 экз. Заказ 107

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, вспомогательные устройства, материалы и реактивы ....7
6. Требования к обеспечению безопасности, экологической безопасности, требования к квалификации исполнителя ....9
7. Подготовка к выполнению анализа и измерений ....10
8. Выполнение анализа. Определение цезия-137 в пищевых продуктах ....14
9. Проведение измерения выделенного препарата цезия-137 ....15
10. Обработка результатов измерения цезия-137 ....16
11. Оформление результатов измерения ....16
12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории ....17
*Приложение 1.* Методика приготовления аттестованного раствора цезия-137 ....18
*Приложение 2.* Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора аттестованного образца активности цезия-137 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения ....20
*Приложение 3.* Библиография ....24

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

# Цезий-137. Определение удельной активности в пищевых продуктах

## Методические указания МУК 4.3.2504—09

## 1. Область применения

Методические указания устанавливают методику выполнения измерения активности цезия-137 в пищевых продуктах после концентрирования цезия-137 на осадке ферроцианида никеля и последующего выделения его в виде сурьмянистойодидной или гексахлортеллуритной соли.

Диапазон измерений 0,8—200 Бк позволяет использовать методику для определения содержания цезия-137 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 методических указаниях 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 цезия-137*

Цезий-137 ($^{137}Cs$) наиболее важный радиоактивный изотоп цезия. Период полураспада ($T_{1/2}$) составляет 30,1 года, максимальная энергия β-спектра 0,514 МэВ, γ-спектра – 0,661 МэВ. По химическим свойствам близок к калию и рубидию.

Основной путь поступления цезия-137 в организм человека – по пищевым цепям с рационом человека. Цезий-137 накапливается в мышечной ткани и вносит основной вклад в дозу внутреннего облучения.

Для контроля за уровнем поступления цезия-137 в организм человека с рационом производят определение содержания его в пищевых продуктах.

Полученные значения удельной активности цезия-137 в пищевых продуктах позволяют проследить за динамикой накопления его в организме и оценить дозу внутреннего облучения.

### *4.2. Метод определения*

Определение цезия-137 основано на переводе данного радионуклида в раствор путем растворения золы пищевых продуктов в 3 н азотной кислоте, концентрировании цезия-137 на осадке ферроцианида никеля при pH 3—5 и последующем выделении его в виде сурьмянистойодидной или гексахлортеллуритной соли.

Измерение выделенного препарата $^{137}Cs$ производится на низкофоновых бета-радиометрах, бета-гамма-спектрометрах в режиме измерения проб после радиохимического анализа, при минимальной измеряемой активности 0,8 Бк в счетном образце.

Длительность анализа – 6 ч (без подготовки проб к анализу). Один лаборант может сделать за рабочий день 3 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), $\sigma_r$, % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$, % | Показатель правильности (границы относительной среднеквадратической погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_c$, % | Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_c$, % |
|---|---|---|---|---|
| Цезий-137 Диапазон измерений от 0,8 до 200 Бк | 9 | 22 | 10 | 47 |

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*

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 $A_{мин}$) |
|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| Бета-спектрометр «Прогресс» | ТУ 4362-001-31867313-95 | Скорость счета, $с^{-1}$ | 50 % при $P = 0,95$ |
| Установка с малым фоном – УМФ | ТУ 25-11-162-68 | Скорость счета, $с^{-1}$ | 25 % при $P = 0,95$ |

Продолжение табл. 5.1

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| Образцовый радиоактивный раствор (ОРР) цезия-137 | 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 |

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

### *5.2. Вспомогательные устройства и оборудование*

Шкаф сушильный термостатируемый ГОСТ 3765—78
Печь муфельная с терморегулятором до 1 000 °С ТУ 16-681.051—84
Плитка электрическая ГОСТ 14919—83
Лампа зеркальная ЗМ-8, 220 × 500 для сушки проб
Центрифуга лабораторная клиническая ОПН-3у ТУ 5-375-4260—76
Эксикатор ГОСТ 25336—02
Центрифужные пробирки на 10 см$^3$ ГОСТ 23932—90
Пипетки 1, 2 и 5 см$^3$ ГОСТ 20292—74
Колбы мерные 100, 500, 1 000 см$^3$ ГОСТ 1770—74
Стаканы термостойкие, вместимостью 50, 100, 200, 500 см$^3$ ГОСТ 25336—82
Воронки диаметром 5, 10, 15 см ГОСТ 25336—82
Чашки фарфоровые вместимостью 150—200 см$^3$ ГОСТ 9147—80
Фильтры бумажные, синяя и красная лента диаметром 9 и 15 см
Стеклянные капельницы объемом 50 см$^3$ ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки длиной 30 см ГОСТ 25336—82

### *5.3 Реактивы и материалы*

Стронций азотно-кислый, чда ГОСТ 5429—74
Цезий азотно-кислый, хч ТУ 6-09-437—75
Цезий хлористый ТУ 6-09-4066—79
Иттрий азотно-кислый, хч ТУ 6-09-4676—78
Кислота азотная, уд. вес 1,36, чда ГОСТ 4461—77
Кислота соляная, уд. вес 1,19, хч ГОСТ 3118—77
Аммиак водный, 25 %-й раствор, чда ГОСТ 3760—79
Аммоний щавелево-кислый, чда ГОСТ 5712—78

| | |
|---|---|
| Никель азотно-кислый | ГОСТ 4055—78 |
| Натрий железистосинеродистый (калий железистосинеродистый) | МРТУ 6-09-5232—68 (ГОСТ 4207—75) |
| Теллур, двуокись | ТУ 6-09-1401—76 |
| Ацетон, хч | ГОСТ 2603—79 |
| Спирт этиловый, 96 %, ректификат | ГОСТ 18300—87 |
| Полистирол | |
| Хлороформ или четыреххлористый углерод | |
| Йодистый аммоний, хч | ГОСТ 3764—75 |
| Треххлористая сурьма, хч | ТУ 6-09-636—76 |
| Сернисто-кислый (или пиросернисто-кислый) натрий, хч | ГОСТ 429—79 |
| Кислота уксусная, ледяная, хч | ГОСТ 61—75 |
| Кислота серная, концентрированная, чда | ГОСТ 4204—77 |
| Натрий едкий, чда | ГОСТ 4388—77 |

## 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*

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 минимальной 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.

$$M = A_{мин}/(A_п \cdot a \cdot b), \text{ где}$$

$M$ – масса продукта, кг;

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

$A_п$ – 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 и 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 $^{137}Cs$.

*7.1.2. Подготовка 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 3,0—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.

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

*7.1.4. 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 3,7 Бк/кг и выше при необходимости совместного определения в ней $^{90}Sr$ и $^{137}Cs$. Рекомендуемый объем пробы не более 1,5 кг. Метод основан на полной минерализации органических проб концентрированной азотной кислотой и перекисью водорода при нагревании.

*Реактивы, посуда*

| | |
|---|---|
| Азотная кислота, концентрированная, чда | ГОСТ 4461—77 |
| Перекись водорода, 30 %, хч | ГОСТ 10929—76 |
| Иттрий хлористый, 6-водный, хч | ТУ 6-09-4474—77 |
| Стронций хлористый, 6-водный, чда | ГОСТ 4140—74 |
| Цезий азотно-кислый, хч | ТУ 6-09-437—75 |
| Цезий хлористый, хч | ТУ 6-09-4С66—79 |
| Стаканы термостойкие, вместимостью 2 л | ГОСТ 25336—82 |

*Ход озоления*

В стакан емкостью 2 л помещают 500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, нагревают до кипения и порциями (10—20 г) постепенно

при перемешивании вносят растворяемую пробу. Обычно эта операция 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 200—500 $см^3$ концентрированной азотной кислоты.

Обычно для разложения 1 кг пробы достаточно 500—1 000 $см^3$ азотной кислоты и 200—400 $см^3$ 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 щелочноземельных металлов, для чего вносят 10—20 $см^3$ 8 %-й щавелевой кислоты или насыщенный раствор щавелевокислого аммония и приливают 25 % раствора аммиака до pH 1,5. В фильтрате определяют содержание цезия-137. В осадке оксалатов определяют содержание стронция-90.

### *7.2. Приготовление реактивов*

10 %-й раствор двуокиси теллура.

10 г двуокиси теллура растворяют в концентрированной HCl при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на 100 $см^3$ и доводят до метки концентрированной соляной кислотой.

Раствор полистирола.

5 г стружек полистирола растворяют в 100 $см^3$ хлороформа или четыреххлористого углерода путем встряхивания в колбе, закрытой пробкой.

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, 50 мг/$см^3$ по иттрию.

25,4 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Цезий азотно-кислый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по цезию.

73,5 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Цезий хлористый, водный раствор, 50 мг/$см^3$ по цезию.

63,35 г соли растворяют в 1 000 $см^3$ дистиллированной воды.

Аммоний щавелево-кислый, насыщенный раствор.

60 г соли растворяют в 500 см$^3$ дистиллированной воды.

Едкий натр, 10 %-й раствор.

50 г едкого натра растворяют в 500 см$^3$ дистиллированной воды.

Треххлористая сурьма, раствор.

6,9 г $Sb_2O_3$ или 4,4 г $SbCl_3$ растворяют в 100 см$^3$ 4 н HCl.

Йодистый аммоний, насыщенный раствор.

170 г соли растворяют в 100 см$^3$ дистиллированной воды.

Кислота соляная, 3 н.

Концентрированную кислоту разбавляют дистиллированной водой до плотности 1,05 г/см$^3$.

Натрий железистосинеродистый, 10 %-й раствор.

50 г соли растворяют в 500 см$^3$ дистиллированной воды.

Никель азотно-кислый, 10 %-й раствор.

50 г соли растворяют в 500 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 осуществляется 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 определяют при метрологической аттестации или поверке 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:

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

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

$m$ – число измерений.

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

## 8. Выполнение анализа. Определение цезия-137 в пищевых продуктах

8.1. Всю золу, полученную сжиганием 3—5 кг продуктов при 450 °С, помещают в термостойкий стакан, вносят в качестве носителей растворы солей Cs – 50—100 мг, Sr – 50 мг, Y – 50 мг (по металлу) и растворяют в 3 н $HNO_3$.

При необходимости определения из этой же пробы стронция-90 ($^{90}Cs$) по дочернему иттрию-90 ($^{90}Y$) экстракцией последнего моноизооктиловым эфиром метилфосфоновой кислоты (МИОМФК) носитель иттрия не вносят.

Нерастворившуюся часть золы пищевых продуктов промывают разбавленной азотной кислотой и переводят в раствор после вторичного озоления. Фильтрат и промывные воды объединяют. В случае необходимости определения $^{90}Sr$ оксалатным методом добавляют аммиак до pH = 1,5. Из горячего раствора осаждают оксалаты щелочноземельных элементов насыщенным раствором щавелевокислого аммония. Осадок оставляют на 1,0—1,5 ч, проверяют полноту осаждения (для растворов с низким содержанием Са), отфильтровывают и промывают водой, содержащей оксалат-ионы. В осадке определяют стронций-90. В тех случаях, когда определение $^{90}Sr$ производится из отдельной навески, осаждение оксалатов не производится.

В раствор, содержащий фильтрат и промывные воды, добавляют 10 %-й аммиак (1 : 1) до начала выпадения гидроокиси – pH = 3—5. Затем в раствор последовательно вносят 5 $см^3$ 10 %-го азотнокислого никеля и 5 $см^3$ 10 %-го ферроцианида натрия или калия.

Осадку дают отстояться и проводят повторно концентрирование, добавляя 5 $см^3$ азотнокислого никеля и 5 $см^3$ 10 %-го ферроцианида натрия. Осадок ферроцианида никеля, содержащий цезий, отфильтровывают, промывают водой и прокаливают в муфеле при 400—500 °С.

Выделение цезия-137 производят двумя способами.

*8.1.1. Осаждение цезия-137 в виде сурьмянистойодидной соли*

Прокаленный осадок переносят в стакан, заливают 30—40 $мл^3$ 3 н HCl и нагревают до кипения. Нерастворившиеся частицы отфильтровывают, промывают на фильтре 3 н HCl. Объем раствора должен быть не более 50 $см^3$.

Фильтрат охлаждают и вносят 3 $см^3$ свежеприготовленного раствора $NH_4I$. Если раствор буреет, добавляют сухую соль сульфита или метабисульфита натрия до обесцвечивания. Затем приливают 0,8 $см^3$ треххлористой сурьмы и раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой до образования красного осадка. Осадок выдерживают 1,5—2,0 ч на ледяной бане.

Иногда образуется осадок темного цвета или с белым налетом, в таких случаях проводят переосаждение. Для этого осадок растворяют в воде. Нерастворившуюся часть отфильтровывают, а в фильтрат добавляют концентрированную HCl до получения 3 н раствора, охлаждают и повторяют осаждение.

Отстоявшийся осадок отделяют центрифугированием, промывают 3—4 раза ледяной уксусной кислотой до осветления промывных вод, затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты (3—4 раза по 20 $см^3$) и сушат под инфракрасными лучами.

Высушенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют спиртом, взвешивают для контроля выхода носителя и определяют β-активность выделенного препарата цезия-137.

Радиохимическую чистоту выделенного препарата при необходимости проверяют гамма-спектрометрическим методом.

*8.1.2. Осаждение цезия-137 в виде гексахлортеллуритной соли*

Прокаленный осадок ферроцианидов, содержащий карбонаты Cs, Ni, Fe, K, *растворяют в концентрированной HCl и затем охлаждают на* ледяной бане в течение 1,5—2,0 ч (лучше оставить фильтрат на ночь). Выпавший при этом хлорид калия и нерастворившийся остаток отделяют центрифугированием или фильтрованием, отбрасывают и из прозрачного раствора на холоде осаждают цезий 2—3 мл 10 %-го раствора окиси теллура в концентрированной HCl при интенсивном перемешивании. Осадку желтого цвета дают постоять, затем переносят его в центрифужную пробирку, центрифугируют и промывают осадок 2—3 раза концентрированной HCl, три раза ацетоном, один раз этиловым спиртом.

Переносят спиртом осадок на взвешенную алюминиевую подложку диаметром 4 см, покрытую пленкой из полистирола. Препарат высушивают, взвешивают для определения химического выхода и определяют β-или γ-активность выделенного препарата цезия-137.

## 9. Проведение измерения выделенного препарата цезия-137

### *9.1. Радиометрическое измерение цезия-137*

Исследуемый препарат цезия-137 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, $с^{-1}$, $N_{ср\,ф.} = \Sigma N_{i.ф}/m$.

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

$$N_{ср.пр.} = \Sigma (N_{i\,пр} - N_ф)/m, \text{ с}^{-1}, \text{ где} \qquad (3)$$

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

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

$m$ – число измерений.

### *9.2. Спектрометрическое измерение цезия-137*

Спектрометрические измерения производят в соответствии с методикой измерения и программным обеспечением в режиме измерения проб после радиохимического выделения.

## 10. Обработка результатов измерения цезия-137

### *10.1. Обработка результатов радиометрического измерения цезия-137*

Активность ($A$) цезия-137 в пищевых продуктах рассчитывают по формуле:

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

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

$a$ – поправка на химический выход цезия-137;

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

Удельную активность ($A_{уд}$) цезия-137 рассчитывают по формуле:

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

$P_o$ – вес пробы, взятой на анализ, кг.

### *10.2. Обработка результатов бета-спектрометрического измерения цезия-137*

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

## 11. Оформление результатов измерения

Результаты определения активности представляют в виде:

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

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

## 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 ($K$).

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, $\Delta_л = 0{,}01\ \delta_л C$.

Значение $\Delta_л$ установлено 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 цезия-137

### 1. Назначение и область применения методики

Методика устанавливает приготовление из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР) цезия-137 образца активности цезия-137 с удельной активностью в диапазоне 10—30 Бк, предназначенного для определения чувствительности низкофоновых бета-радиометров. Образцы активности могут использоваться для контроля точности выполнения измерений по МУК «Цезий-137. Определение в пищевых продуктах».

### 2. Метрологическая характеристика

Аттестованное значение – удельная активность цезия-137 в диапазоне 10—30 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 $19{,}97 \cdot 10^3$ Бк/г, масса раствора $5 \pm 0{,}5$ г, pH = 1 по $HNO_3$ Погрешность определения удельной массовой активности 9 % при $P = 0{,}95$.

Автоматической пипеткой вносят необходимое количество образцового радиоактивного раствора в мерную колбу объемом 100 $см^3$, в которую предварительно внесено 50 $см^3$ 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($\Delta_1$) – 9 % с вероятностью 0,95.

Характеристика погрешности вместимости колбы объемом 100 см$^3$ ($\Delta_2$) – 0,2 мл – 2 %.

Характеристика погрешности объема пипетки на 1см$^3$ ($\Delta_3$) – 0,01 мл – 1 %.

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

$$\Delta = \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2 + \Delta_3^2} = \sqrt{9^2 + 0,2^2 + 1^2} = 9,1\,\%$$

Приложение 2
(информационное)

## Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора аттестованного образца активности цезия-137 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения

Государственный научный центр – Институт биофизики

### 1. Назначение и область применения

Методика регламентирует приготовление из образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности цезия-137 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений низкофоновых бета-радиометров, бета-спектрометров и т. п.

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 методике «Цезий-137. 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 цезия-137 (прилож. 1).

### 3. Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

#### *3.1. Средства измерения*

| | |
|---|---|
| Колбы мерные вместимостью 100 $см^3$ | ГОСТ 1770—74 |
| Пипетки 1,0; 5,0 $см^3$ | ГОСТ 29227—91 |
| Радиометр низкофоновый УМФ-1500, спектрометр «Прогресс-бета-гамма» | |

#### *3.2. Вспомогательные устройства и материалы*

| | |
|---|---|
| Стаканы термостойкие вместимостью 100, 200 $см^3$ | ГОСТ 25336—82 |
| Воронки диаметром 10, 15 см | ГОСТ 25336—82 |
| Колбы плоскодонные емкостью 1 000 и 2 000 $см^3$ | 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*

| | |
|---|---|
| Цезий азотно-кислый, хч | ТУ 6-09-437—75 |
| Цезий хлористый, хч | ТУ 6-09-4066—79 |
| Кислота азотная, уд. вес 1,36, чда | ГОСТ 4461—77 |
| Кислота соляная, уд. вес 1,19, хч | ГОСТ 3118—77 |
| Аммиак водный, 25 %-й раствор, чда | ГОСТ 3760—79 |
| Никель азотно-кислый | ГОСТ 4055—78 |
| Натрий железистосинеродистый (калий железистосинеродистый) | МРТУ 6-09-5232—68 (ГОСТ 4207—75) |
| Теллур двуокись | ТУ 6-09 1401—76 |
| Ацетон, хч | ГОСТ 2603—79 |
| Спирт этиловый 96 %, ректификат | ГОСТ 18300—87 |
| Полистирол | |
| Хлороформ или четыреххлористый углерод | |
| Йодистый аммоний, хч | ГОСТ 3764—75 |
| Треххлористая сурьма, хч | ТУ 6-09-636—76 |
| Сернисто-кислый (или пиросернисто-кислый) натрий, хч | ГОСТ 429—79 |
| Кислота уксусная, ледяная, хч | ГОСТ 61—75 |
| Кислота серная, концентрированная, чда | ГОСТ 4204—77 |

## 4. Процедура приготовления образца активности цезия-137

Исходя из удельной активности, указанной в паспорте образцового источника, рассчитать объем приготовленного аттестованного раствора, который необходимо взять для получения активности 10—20 Бк в твердотельном радиометрическом источнике цезия-137. При этом относительная случайная погрешность измерения пробы должна быть не выше 5 % при $P = 0{,}95$.

Выделение цезия-137 производят двумя способами.

*1. Осаждение цезия-137 в виде сурьмянистойодидной соли*

В стакан вместимостью 100 $см^3$ вносят 30—40 $мл^3$ 3 н HCl, в качестве носителя раствор соли цезия 50—100 мг по цезию. Пипеткой отмеряют необходимый объем аттестованного раствора цезия-137 и вносят его в приготовленный раствор.

Раствор охлаждают и вносят 3 $см^3$ свежеприготовленного раствора $NH_4I$. Если раствор буреет, добавляют сухую соль сульфита или метабисульфита натрия до обесцвечивания. Затем приливают 0,8 $см^3$ треххло-

ристой сурьмы и раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой до образования красного осадка. Осадок выдерживают 1,5—2,0 ч на ледяной бане.

Отстоявшийся осадок отделяют центрифугированием, промывают 3—4 раза ледяной уксусной кислотой до осветления промывных вод, затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты (3—4 раза по 20 $см^3$) и сушат под инфракрасными лучами.

Высушенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют спиртом, взвешивают для контроля выхода носителя и определяют β-активность выделенного препарата цезия-137.

Величину химического выхода определяют как отношение количества носителя, измеренного после проведения анализа, к количеству его, добавленному в пробу.

Относительная погрешность определения химического выхода составит не более 2 %.

Радиохимическую чистоту выделенного препарата при необходимости проверяют с помощью анализа кривых ослабления бета-излучения в алюминии или гамма-спектрометрическим методом.

*2. Осаждение цезия-137 в виде гексахлортеллуритной соли*

В стакан вместимостью 100 $см^3$ вносят 30—40 $мл^3$ концентрированной HCl, раствор соли цезия 50—100 мг по цезию. Пипеткой отмеряют необходимый объем аттестованного раствора цезия-137 и вносят его в приготовленный раствор.

Затем раствор охлаждают на ледяной бане в течение 1,5—2,0 ч. Из охлажденного раствора осаждают цезий 2—3 мл 10 %-го раствора окиси теллура в концентрированной HCl при интенсивном перемешивании. Осадку желтого цвета дают постоять, затем переносят его в центрифужную пробирку, центрифугируют и промывают осадок 2—3 раза концентрированной HCl, три раза ацетоном, один раз этиловым спиртом.

Переносят спиртом осадок на взвешенную алюминиевую подложку диаметром 4 см, покрытую пленкой из полистирола. Препарат высушивают, взвешивают для определения химического выхода и определяют β-активность выделенного препарата цезия-137.

Измерение счетного образца производить с помощью бета-радиометра или бета-спектрометра в соответствии с инструкцией к используемому прибору.

Выполнение измерений цезия-137 производят по п.п. 9.1, 9.2 МВИ.

## 5. Обработка результатов измерения цезия-137

Чувствительность установки ($F$) при радиометрическом измерении цезия-137 рассчитывают по формуле:

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

$A$ – активность цезия-137 в аттестованном растворе, внесенная в пробу;

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

$a$ – поправка на химический выход цезия, доли.

Приложение 3
(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 цезия-137 в пищевых продуктах и растительности.

3. Методические указания № 5779-91 «Цезий-137. Определение в пищевых продуктах». Министерство здравоохранения СССР. М., 1991.

gost.e-ecolog.ru