ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

РАСТВОРЫ РАДИЯ-226 2-го РАЗРЯДА ОБРАЗЦОВЫЕ

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

РД 50-373—82

Цена 3 коп.

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1983

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Всесоюзным ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским институтом физико-технических и радиотехнических измерений (**ВНИИФТРИ**)

ИСПОЛНИТЕЛЬ

В. Л. Докукина

ВНЕСЕНЫ Государственным комитетом СССР по стандартам

Член Госстандарта **Л. К. Исаев**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 декабря 1982 г. № 5195

УДК 541.8 : 615.849.089.6

РУКОВОДЯЩИЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
РАСТВОРЫ РАДИЯ-226 2-го РАЗРЯДА ОБРАЗЦОВЫЕ
Методы и средства поверки

РД 50-373—82

Утверждены Постановленкем Госстандарта от 28 декабря 1982 г. № 5195, срок введения установлен с 01.07. 1984 г.

Настоящие методические указания распространяются на образцовые растворы радия-226 2-го разряда (далее — растворы радия-226), предназначенные для поверки аппаратуры в области радиометрии, и устанавливают методы и средства их первичной и периодической поверок.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

внешний осмотр — п. 5.1;

(приготовление подложки для радиоактивного источника — п. 5.2;

приготовление радиоактивного источника — п 5.3,

определение активности радионуклидов в источнике — п. 5.4;

определение метрологических параметров — п. 5.5;

определение относительного содержания полония-210 в источнике — п. 5.5.1;

определение активности радия-226 в источнике — п. 5.5.2;

определение удельной активности радия-226 в растворе — п. 5.5.3.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие средства:

установка с проточным 2π-счетчиком для измерения активности радионуклидов в источниках альфа-излучения в пределах $1—10^4$ Бк с погрешностью 2% при доверительной вероятности 0,99 (прибор типа 2154-1М («Протока»);

© Издательство стандартов, 1983

альфа-спектрометр, обладающий энергетическим разрешением не более 1% с детектором, рабочая площадь которого не менее 1 $см^2$ (устройство спектрометрическое СЭА-01 ЖШ1.267.813 и многоканальный амплитудный анализатор по ГОСТ 16957—80);

образцовые альфа-источники 1-го разряда с радионуклидом плутония-239 с погрешностью не более 5% в доверительном интервале 0,99;

образцовые спектрометрические альфа-источники 1-го разряда с радионуклидом радия-226 (ОСАИ) с погрешностью не более 5% в доверительном интервале 0,99;

полиэтиленовые пикнометры объемом не менее 0,5 $см^3$;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

аналитические весы типа ВЛА-200-М с погрешностью не более 2%;

форвакуумный насос производительностью не менее 10^{-2} $м^3$/мин по ГОСТ 14708—77;

сосуд с кранами объемом не менее 2 $дм^3$;

манометр, обеспечивающий измерение давления до 20000 Па, по ГОСТ 9933—75;

инсулин, концентрацией 40 ед. на 1 $мм^3$;

дистиллированная вода по ГОСТ 6709—72;

амилацетат;

коллодий;

барботер с притертыми кранами объемом не менее 50 $см^3$;

установка вакуумного напыления по ГОСТ 5.70—68;

линейка измерительная по ГОСТ 427—75;

вытяжной шкаф.

2.2. Допускается применять другие средства поверки, удовлетворяющие по точности требованиям настоящих методических указаний.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды (20±5)°С;

атмосферное давление (100000±4000) Па [(750±30) мм рс. ст.];

внешний гамма-фон не болсе $2{,}58 \cdot 10^{-11}$ А/кг;

напряжение питающей сети (220±22) В, при частоте 50 Гц.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Все работы должны быть проведены в соответствии с «Основными санитарными правилами работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений» № 950—72 (ОСП—72), «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденными Госэнергонадзором.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие комплектности, маркировки, целостности стеклянной ампулы с раствором радия-226 требованиям, установленным в обязательном приложении.

5.2. Приготовление подложки для радиоактивного источника

Готовят раствор коллодия в амилацетате Концентрация раствора должна быть такой, чтобы сухой остаток капли составлял 0,6 мкг. Поверхностная плотность образующейся пленки должна быть (20 ± 5) мкг/см^2 Одну-две капли раствора коллодия в амилацетате наносят на поверхность воды. Пленку, образовавшуюся на поверхности воды, снимают на кольцо из металлической фольги с внешним диаметром 35 мм и внутренним диаметром 10 мм. Пленку на кольце помещают в вакуумную установку и напыляют на нее слой золота или палладия с поверхностной плотностью 10 мкг/см^2.

В качестве подложки может быть использована органическая пленка, металлизированная золотом или палладием.

5.3. Приготовление радиоактивного источника

Раствор радия-226 переливают в барботер с притертыми кранами и удаляют из него радон и его дочерние продукты. Барботер с раствором радия-226 соединяют резиновым шлангом с сосудом с кранами. Кран барботера закрывают. В сосуде с кранами создают давление не более 13300 Па (100 мм рт. ст.). В барботере, медленно открывая кран, устанавливают такой режим барботажа, при котором через раствор проходит не более 2 пузырьков воздуха в секунду. Барботаж проводят не менее 3 ч.

Для равномерного распределения радиоактивного раствора на готовую подложку пикнометром наносят одну каплю инсулина. Эту каплю убирают тем же пикнометром. На ее место другим пикнометром наносят каплю дистиллированной воды и убирают ее. Третьим пикнометром отбирают из барботера 50—100 мг раствора радия-226 и наносят не более 50 мг на подложку. Массу раствора радия-226 определяют взвешиванием пикнометра до и после нанесения раствора на подложку. Измерения проводят не менее трех раз.

Радиоактивный источник начинают готовить за час до окончания барботажа раствора радия-226.

Из одной ампулы раствора радия-226 готовят не менее 10 радиоактивных источников. Раствор, оставшийся в барботере после поверки, переливают в ампулу и запаивают ее.

5.4. Определение активности радионуклидов в источнике

Установку с 2π-счетчиком включают согласно технической документации на данную установку. Рабочее напряжение 2π-счетчика выбирают в области плато счетной характеристики для

альфа-источников, при этом эффективность счетчика к бета-излучению должна быть близка к нулю.

Определяют среднюю скорость счета фона установки $\overline{N}_{\text{ф}}$ (имп/с) по формуле

$$\overline{N}_{\text{ф}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} N_{i\text{ф}}}{n \cdot t_{\text{ф}}}, \qquad (1)$$

где $N_{i\text{ф}}$ — число импульсов i-го наблюдения значения фона за время $t_{\text{ф}}$, с, n-число наблюдений.

Помещают образцовый альфа-источник 1-го разряда с радионуклидом плутония-239 (далее — образцовый источник) под детектор, соблюдая при этом расположение, которое будет принимать источник, приготовленный из раствора радия-226. Определяют эффективность регистрации альфа-излучения установки $\overline{\varepsilon}$ (имп./част.) по формуле

$$\overline{\varepsilon} = \frac{1}{N_{\text{Pu}}} \cdot \left(\frac{\sum_{i=1}^{n} N_{i\text{р}}}{nt} - \overline{N}_{\text{ф}} \right) = \frac{\overline{N}_{\text{р}} - \overline{N}_{\text{ф}}}{N_{\text{Pu}}}, \qquad (2)$$

где $N_{i\text{р}}$ — число зарегистрированных импульсов от образцового источника при i-м наблюдении за время t, с, $\overline{N}_{\text{р}}$ — среднее число зарегистрированных импульсов в единицу времени, N_{Pu} — внешнее излучение от образцового источника в угле 2π.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения $\overline{\varepsilon}$, $S(\overline{\varepsilon})$, вычисляют по формуле

$$S(\overline{\varepsilon}) = \frac{1}{N_{\text{Pu}}} \sqrt{\frac{\overline{N}_{\text{р}}}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}} + \overline{\varepsilon}^2 \left(\frac{\Theta_{\text{Pu}} \cdot N_{\text{Pu}}}{2 \cdot 100} \right)^2}, \qquad (3)$$

где t и $t_{\text{ф}}$ — время, в течение которого регистрировались $N_{i\text{р}}$ и $N_{i\text{ф}}$, Θ_{Pu} — погрешность образцового источника, указанная в нормативно-технической документации (далее — НТД) на источник.

Источник с радионуклидом радия-226 помещают в установку и определяют число импульсов $N_{\text{изм}}$ за время t, с. Измерения проводят не менее 10 раз. Находят среднее значение $\overline{N}$ (имп./с) по формуле

$$\overline{N} = \frac{\sum_{i=1}^{n} N_{i\,\text{изм}}}{n \cdot t} - \overline{N}_{\text{ф}} = \overline{N}_{\text{изм}} - \overline{N}_{\text{ф}}. \qquad (4)$$

Среднее квадратическое отклонение результата измерения $\overline{N}$, $S(\overline{N})$, вычисляют по формуле

$$S(\overline{N}) = \sqrt{\frac{\overline{N}_{\text{изм}}}{t} + \frac{\overline{N}_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}}. \qquad (5)$$

Активность радионуклидов в источнике $A_н$ (Бк) определяют по формуле

$$A_н = a \cdot \frac{\overline{N}}{\overline{\varepsilon}}, \qquad (6)$$

где a (расп./част.) — коэффициент перехода от внешнего излучения (част./с) к активности альфа-источника (Бк), $a=2$ для 2π-геометрии.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения $A_н$, $S(A_н)$, вычисляют по формуле

$$S(A_н) = A_н \sqrt{\frac{S(\overline{N})^2}{\overline{N}^2} + \frac{S(\overline{\varepsilon})^2}{\overline{\varepsilon}^2}}. \qquad (7)$$

5.5. Определение метрологических параметров

5.5.1. *Определение относительного содержания полония-210 в источнике*

Альфа-спектрометр настраивают по образцовым спектрометрическим альфа-источникам 1-го разряда с радионуклидом радия-226. Источник с радионуклидом радия-226 помещают в блок детектирования альфа-спектрометра. Снимают энергетический спектр альфа-излучения источника, приготовленного из раствора радия-226.

Определяют относительное содержание полония-210 в источнике k по формуле

$$k = \frac{\overline{N}_{Po}}{\overline{N}_н}, \qquad (8)$$

где $\overline{N}_{Po}$ — среднее число импульсов от альфа-излучения полония-210 (с учетом фона); $\overline{N}_н$ — среднее число импульсов от альфа-излучения нуклидов в источнике.

Значение k не должно превышать 0,1.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения k, $S(k)$, вычисляют по формуле

$$S(k) = k \cdot \sqrt{\frac{S(\overline{N}_{Po})^2}{\overline{N}_{Po}^2} + \frac{S(\overline{N}_н)^2}{\overline{N}_н^2}}. \qquad (9)$$

5.5.2. *Определение активности радия-226 в источнике*

Активность радия-226 определяют по формуле

$$A_{Ra} = A_н(1-k). \qquad (10)$$

Значение активности радия-226 должно находиться в пределах, указанных в обязательном приложении.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения A_{Ra}, $S(A_{Ra})$, вычисляют по формуле

$$S(A_{Ra}) = A_{Ra} \cdot \sqrt{\frac{S(A_н)^2}{A_н^2} + \frac{S(k)^2}{(1-k)^2}}. \qquad (11)$$

5.5.3. *Определение удельной активности радия-226 в растворе*

Удельную активность радия-226 в растворе A (Бк/г) определяют по формуле

$$A = \frac{A_{Ra}}{\overline{m}}, \qquad (12)$$

где $\overline{m}$ — среднее значение массы раствора радия-226, нанесенного на подложку.

Суммарную погрешность результата определения A, Θ_A, по одному источнику вычисляют по формуле

$$\Theta_A = A \sqrt{\frac{S(A_{Pa})}{A_{Pa}^2} + \frac{S(\overline{m})^2}{\overline{m}^2} + \frac{\Theta_m^2}{3}}, \qquad (13)$$

где $S(\overline{m})$ — среднее квадратическое отклонение результата измерения массы раствора радия-226, которое вычисляют по формуле

$$S(\overline{m}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (m_i - \overline{m})^2}{n(n-1)}}, \qquad (14)$$

Θ_m — погрешность определения массы, указанная в НТД на весы.

Границы неисключенной систематической погрешности в двустороннем доверительном интервале 0,99 вычисляют по формуле

$$\Theta = 1{,}4\Theta_A. \qquad (15)$$

Удельную активность радия-226 в одном растворе радия-226 определяют не менее чем по 10 радиоактивным источникам, приготовленным из него.

Среднее значение удельной активности радия-226 вычисляют по формуле

$$\overline{A} = \frac{\sum_{i=1}^{n} A_i}{n}. \qquad (16)$$

Значение удельной активности радия-226 $\overline{A}$ должно находиться в пределах, указанных в обязательном приложении.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения $\overline{A}$, $S(\overline{A})$, вычисляют по формуле

$$S(\overline{A}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (A_i - \overline{A})^2}{n(n-1)}}, \qquad (17)$$

где A_i — i-й результат измерения величины удельной активности радия-226

Доверительные границы ε погрешности результата измерения вычисляют по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S(\bar{A}), \tag{18}$$

где t — коэффициент Стьюдента, который выбирают для двусторонней доверительной вероятности 0,99 в зависимости от числа измерений из ряда:

Число измерений n	1	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Значение коэффициента Стьюдента		3,25	3,17	3,11	3,05	3,01	2,98	2,95	2,92	2,90	2,88	2,86

Суммарное среднее квадратическое отклонение результата измерения $\bar{A}$, S_Σ, вычисляют по формуле

$$S_\Sigma = \sqrt{S(\bar{A})^2 + \frac{\theta_A^2}{3}} \tag{19}$$

Границы погрешности результата измерения Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = K \cdot S_\Sigma . \tag{20}$$

Коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{\theta^2 + \varepsilon}{S(\bar{A}) + \sqrt{\frac{\theta_A^2}{3}}}. \tag{21}$$

Значение Δ не должно превышать 7% в доверительном интервале 0,99

5 6 Результаты поверки заносят в протокол, в котором указывают

наименование образцового раствора, его номер, год выпуска, наименование организации, проводившей поверку, наименование образцовых средств, применяемых при поверке, их номера; результаты поверки, дату поверки

Протокол подписывает лицо, проводившее поверку.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6 1 На растворы, прошедшие поверку в соответствии с требованиями настоящих методических указаний, выдают свидетельство по форме, установленной Госстандартом

6 2 На оборотной стороне свидетельства записывают

удельную активность радия-226 в растворе, в беккерелях на грамм,

содержание полония-210 в растворе,

относительную погрешность определения удельной активности в доверительном интервале 0,99, в процентах

6.3. Образцовые растворы, не соответствующие требованиям настоящих методических указаний, бракуют и к применению не допускают.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ,
предъявляемые к образцовым растворам радия-226 2-го разряда

1 Образцовый раствор радия-226 2 го разряда представляет собой раствор радия-226 в двунормальной азотной кислоте, заключенный в запаянную стеклянную ампулу, и аттестованный в установленном порядке Каждая ампула должна быть помещена в дополнительную наружную упаковку

2 Объем раствора в ампуле должен составлять (30 ± 3) см^3

3 Номинальное содержание радия 226 в образцовом растворе должно быть в пределах $10^{-6} — 5 \cdot 10^{-10}$ г

4 Активность радия-226 должна быть от 18,5 до 3,7 10^4 Бк

5 Относительное содержание полония-210 в образцовом растворе не должно превышать 0,1 активности радия 226

6 Удельная активность радия-226 в образцовом растворе должна быть от 0,4 до 1,3 Бк/г

7 Активность примесей посторонних нуклидов в образцовом растворе не должна превышать 0,5% активности радия-226.

8 Каждая ампула должна быть маркирована, иметь при себе документацию с указанием наименования раствора, организации-изготовителя, номера, присвоенного при изготовлении, года изготовления раствора

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Растворы радия-226 2-го разряда образцовые.

Методы и средства поверки.

РД 50-373—82

Редактор *Н. А Аргунова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *И Л Асауленко*

Н/К

Сдано в наб 09 03 83 Подп к печ 23 06 83 Т—08896 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага типографская № 1 Гарнитура литературная Печать высокая 0,75 усл. печ. л 0,52 уч.-изд. л. Тираж 2000 Зак 280 Изд № 7708/4 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru