

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СТАНДАРТ СЭВ

СТ СЭВ 2716–80

ПРЕПАРАТЫ РАДИОАКТИВНЫЕ

ВОДА ТРИТИРОВАННАЯ

Цена 5 коп.

1981

gost.e-ecolog.ru

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 июля 1981 г. № 3406 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 2716—80 «Препараты радиоактивные. Вода тритированная» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта СССР

в народном хозяйстве СССР

с 01.01. 1984 г.

в договорно-правовых отношениях по сотрудничеству

с 01.01. 1983 г.

Сдано в наб. 28.04 81 Подп. к печ. 24 08.81 1,0 п. л. 0,72 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 881

УДК 621.039.8 : 543.3+546.11.023

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 2716—80
	Препараты радиоактивные ВОДА ТРИТИРОВАННАЯ	Взамен РС 1204—67
		Группа Ф14

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на воду, содержащую в своем составе радиоактивный изотоп водорода — тритий (далее препарат), используемую в биохимических исследованиях и в качестве радиоактивного сырья для получения меченых соединений и препаратов.

Формула воды тритированной: ^3H_2O.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Препарат должен быть прозрачным, бесцветным, без посторонних частиц, видимых невооруженным глазом.

1.2. Измеренные значения удельной активности трития в препарате при доверительной вероятности $P=0,95$ должны лежать в следующих доверительных границах, $TBq \cdot g^{-1}$:

от	0,02	до	0,04
»	0,1	»	0,2
»	0,5	»	1,0
»	2,0	»	4,0

1.3. Примесь других радионуклидов не допускается.

1.4. Доверительные границы измеренных значений водородного показателя pH свежеперегнанной воды, тритированной при доверительной вероятности $P=0,95$, должны лежать в диапазоне от 5,0 до 7,0.

1.5. Номинальные значения активности препарата в ампуле должны соответствовать одному из значений, указанных в табл. 1.

Отклонение активности препарата в ампуле от указанных в табл. 1 номинальных значений не должно превышать 10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству
в области стандартизации
Берлин, декабрь 1980 г.

Таблица 1

Объем фасовки, cm^3	*Номинальные значения активности трития в ампуле TBq при удельной активности* ($TBq \cdot g^{-1}$)			
	от 0,02 до 0,04	от 0,1 до 0,2	от 0,5 до 1,0	от 2,0 до 4,0
0,1	от 0,002 до 0,004	от 0,01 до 0,02	от 0,05 до 0,10	от 0,2 до 0,4
0,2	свыше 0,004 до 0,008	свыше 0,02 до 0,04	свыше 0,1 до 0,2	свыше 0,4 до 0,8
0,5	от 0,01 до 0,02	от 0,05 до 0,10	от 0,25 до 0,50	от 1,0 до 2,0
1,0	свыше 0,02 до 0,04	свыше 0,1 до 0,2	свыше 0,5 до 1,0	свыше 2,0 до 4,0
2,0	от 0,04 до 0,08	от 0,2 до 0,4	от 1,0 до 2,0	—

1.6. Поток бета-частиц, вызванный радиоактивным загрязнением поверхности ампул с препаратом, не должен превышать 100 s^{-1}. Относительная суммарная погрешность измерения не должна превышать 100% при доверительной вероятности $P=0,68$.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. При вскрытии запаянной ампулы с препаратом следует учитывать, что в процессе хранения давление в ней за счет образования радиогенного гелия-3 постепенно возрастает и может достигать к концу срока хранения 150 kPa.

2.2. По истечении указанного на этикетке срока хранения препарата в стеклянной ампуле его следует перевести в металлический сосуд с герметизирующей крышкой.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Препарат, подготовленный для расфасовки в ампулы, предъявляют партиями. В партию включают продукт, однородный по своим качественным показателям, сопровождаемый одним документом о качестве.

3.2. Для проверки качества препарата от каждой партии продукта отбирают пробу массой от 0,5 до 2,0 g.

3.3. Последовательность проведения контроля должна соответствовать указанной в табл. 2.

Таблица 2

Вид контроля	Пункт требования	Пункт метода контроля
Цвет, прозрачность, посторонние частицы	1.1	4.3
Удельная активность	1.2	4.1
Содержание примеси других радионуклидов	1.3	4.4
Водородный показатель pH	1.4	4.2
Активность трития в препарате	1.5	4.5
Поверхностное загрязнение ампулы радиоактивными веществами	1.6	4.6

4. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

4.1. Метод измерения удельной активности трития

4.1.1. *Сущность метода*

Удельную активность трития в препарате определяют путем измерения активности трития, с использованием калориметрического метода и массы пробы, отобранной от партии продукта в специальную градуированную по объему и точно взвешенную ампулу.

Тепловой поток от контролируемой пробы, обусловленный выделением энергии при радиоактивном распаде трития, определяют относительным методом путем сличения показаний калориметрической установки при измерении тепловых потоков пробы и образцового электрического нагревателя (или образцового радиоактивного источника).

Допускается измерять активность трития любым другим методом, обеспечивающим погрешность измерения, не превышающую 6% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Массу препарата определяют путем взвешивания и вычисляют как разность величин, полученных при измерении массы калиброванной ампулы с препаратом и без него.

4.1.2. *Аппаратура*

4.1.2.1. Аналитические весы с пределом взвешивания до 200 g и с суммарной систематической погрешностью измерения массы не более 0,2 mg при доверительной вероятности $P=0,95$.

4.1.2.2. Калиброванная ампула с притертой пробкой объемом 5 cm^3 и массой не более 10 g.

4.1.2.3. Шприц медицинский объемом 5 cm^3.

4.1.2.4. Калориметрическая установка, в которую входят: дифференциальный микрокалориметр (типа Кальве) с диапазоном измерения теплового потока от 10^{-4} до 10^{-2} W, с

чувствительностью не ниже 10^{-5} W и с суммарной систематической погрешностью измерения не более 0,5% при доверительной вероятности P=0,95;

калиброванная ампула с герметичной крышкой объемом 3 cm^3 и массой не более 10 g;

образцовые электрические нагреватели со стабилизированным источником питания (аккумуляторная батарея) и измерительной схемой, обеспечивающие регулирование и поддержание электрической мощности в нагревателях в диапазоне от 10^{-5} до 10^{-2} W и ее измерение с суммарной систематической погрешностью не более 0,05% при доверительной вероятности P=0,95.

4.1.2.5. Помещение, в котором проводятся измерения, должно быть термостатировано ($T \leqslant \pm 1°C$), кондиционировано (влажность от 40 до 60% при $T=25°C$).

4.1.3. *Подготовка к измерениям*

Помещают предварительно высушенную калиброванную ампулу с герметичной пробкой на чашку весов и производят пятикратное ее взвешивание.

Вводят в калиброванную ампулу с помощью медицинского шприца 2 cm^3 препарата.

Помещают калиброванную ампулу с препаратом на весы и производят пятикратное взвешивание.

Для градуировки калориметрической установки устанавливают образцовый электрический нагреватель в ячейку дифференциального микрокалориметра. Изменяя мощность его нагрева, регистрируют установившиеся показания прибора на выходе микрокалориметра. Градуировку производят в диапазоне мощностей от 10^{-4} до 10^{-2} W вблизи номинальных значений, составляющих следующий ряд: 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 50,0 mW.

Схема калибровки калориметра с помощью электрических нагревателей приведена на черт. 1.

В каждой из указанных точек проводят по три параллельных измерения.

По полученным данным определяют коэффициенты линейной регрессии a и b по формулам:

$$y=a+b \cdot x, \qquad (1)$$

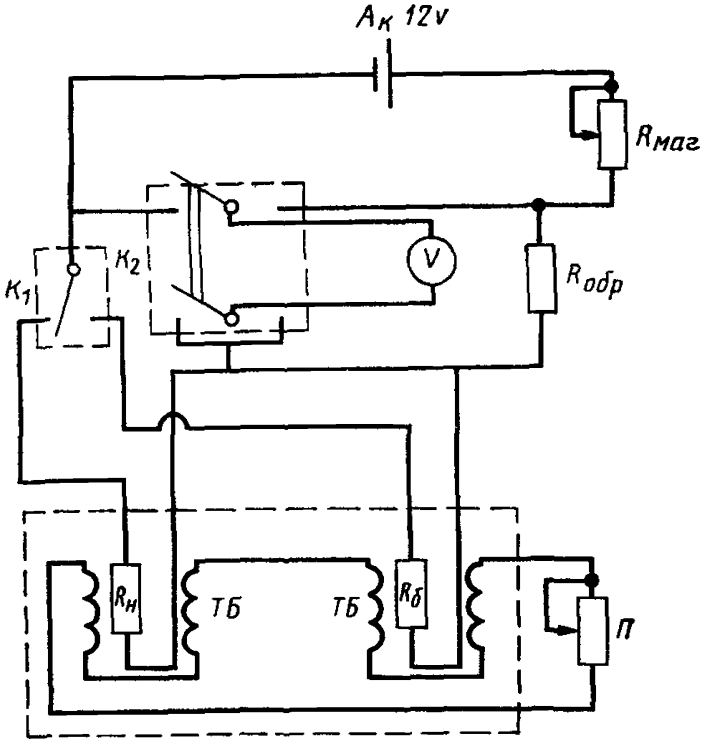
где y — тепловой поток, mW;

x — показания прибора на выходе микрокалориметра, mW.

$$b = \frac{n\sum_{1}^{n} x_i y_i - \sum_{1}^{n} x_i \cdot \sum_{1}^{n} y_i}{\sum_{1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{1}^{n} x_i\right)^2}, \qquad (2)$$

$$a = \frac{\sum_{1}^{n} y_i - b \sum_{1}^{n} x_i}{n}, \qquad (3)$$

где $n=7\times3=21$ — полное число измерений в процессе градуировки.



$R_н$ — нагреватель с сопротивлением 100 Ω; $R_б$ — балластное сопротивление 100 Ω; $R_{обр}$ — образцовое сопротивление; $R_{маг}$ — магазин сопротивлений (реостат); $A_к$ — аккумуляторная батарея; K_1, K_2 — переключатели с медными контактами; *V* — вольтметр с диапазоном измеряемых напряжений от 0,001 до 10 V; *ТБ* — термобатареи калориметра, *П* — потенциометр постоянного тока

Черт. 1

Оценку дисперсии S_0^2 результатов, измеренных при градуировке значений теплового потока, относительно вычисленных по формуле (1), определяют по формуле

$$S_0^2 = \frac{\sum_1^n y_i^2 - a\sum_1^n y_i - b\sum_1^n x_i y_i}{n-2}. \quad (4)$$

Оценки дисперсии для коэффициентов регрессии a и b вычисляют по формулам:

$$S^2(b) = \frac{n \cdot S_0^2}{n\sum_1^n x_i^2 - \left(\sum_1^n x_i\right)^2}, \quad (5)$$

$$S^2(a) = \frac{S^2(b)}{n}\sum_1^n x_i^2. \quad (6)$$

Доверительные границы случайной погрешности результатов расчета для a и b при доверительной вероятности P=0,95 вычисляют по формулам:

$$\Delta a = t_\gamma(P, f) \cdot S(a), \quad (7)$$

$$\Delta b = t_\gamma(P, f) \cdot S(b), \quad (8)$$

где $t_\gamma(P, f)$ — квантиль распределения Стьюдента при доверительной вероятности P и степенях свободы $f = n - 2$.

При $P=0,95$ и $f=21-2=19$; $t_\gamma(0,95; 19)=2,09$.

4.1.4. *Проведение измерений*

Для определения теплового потока устанавливают калиброванную ампулу с контролируемой пробой тритированной воды с массой (2,0±0,1) g в гнездо микрокалориметра и после установления теплового равновесия регистрируют показания прибора. Измерения повторять пять раз.

Примечание. Для повышения точности измерений во вторую ячейку микрокалориметра при градуировке и измерениях устанавливают вторую калиброванную ампулу с двумя граммами дистиллированной воды, идентичную ампуле с контролируемой пробой.

4.1.5. *Обработка результатов измерения*

Величину среднего значения результатов взвешивания ка-

либрованной ампулы с препаратом $\widetilde{X}_1$ в миллиграммах определяют по формуле

$$\widetilde{X}_1 = \frac{\sum_{1}^{n} x_{1i}}{n}. \qquad (9)$$

Величину среднего значения результатов взвешивания калиброванной ампулы без препарата $\widetilde{X}_2$ в миллиграммах определяют по формуле

$$\widetilde{X}_2 = \frac{\sum_{1}^{n} x_{2i}}{n}. \qquad (10)$$

Среднее значение массы пробы препарата $\widetilde{X}_3$ в миллиграммах вычисляют по формуле

$$\widetilde{X}_3 = \widetilde{X}_1 - \widetilde{X}_2. \qquad (11)$$

Оценки средних квадратических отклонений результатов каждой из серий взвешивания $S(\widetilde{X}_1)$ и $S(\widetilde{X}_2)$ вычисляют по формулам:

$$S(\widetilde{X}_1) = \left[\frac{\sum_{1}^{n} (X_{1i} - \widetilde{X}_1)^2}{n(n-1)} \right]^{1/2}, \qquad (12)$$

$$S(\widetilde{X}_2) = \left[\frac{\sum_{1}^{n} (X_{2i} - \widetilde{X}_2)^2}{n(n-1)} \right]^{1/2}. \qquad (13)$$

Оценку среднего квадратического отклонения результатов измерения массы пробы препарата $S(\widetilde{X}_3)$ определяют по формуле

$$S(\widetilde{X}_3) = \sqrt{S^2(\widetilde{X}_1) + S^2(\widetilde{X}_2)}. \qquad (14)$$

Доверительные границы случайной составляющей погрешности результата измерения массы пробы препарата $\varepsilon(\widetilde{X}_3)$ вычисляют по формуле

$$\varepsilon(\widetilde{X}_3)=\pm t_\gamma\,(P,\,f)\cdot S(\widetilde{X}_3), \qquad (15)$$

где $t_\gamma\ (P,\ f)$ — квантиль распределения Стьюдента при доверительной вероятности P и степенях свободы $f=n-1$;

n — число параллельных взвешиваний.

При $P=0{,}95$, $n=5$ и $f=4$; $t_\gamma\,(0{,}95;\ 4)=2{,}78$.

Границы суммарной погрешности результата измерения массы пробы препарата $\Delta(\widetilde{X}_3)$ вычисляют по формуле

$$\Delta(\widetilde{X}_3)=\frac{\varepsilon(\widetilde{X}_3)+\theta}{S(\widetilde{X}_3)+\dfrac{\theta}{k\sqrt{3}}}\sqrt{\frac{\theta^2}{3\,k^2}+S^2\,(\widetilde{X}_3)}, \qquad (16)$$

где $\theta=\sum_{1}^{m}|\,\theta_i\,|$ — границы неисключенной систематической погрешности результата взвешивания, включающей следующие компоненты:

1) неравноплечность коромысла весов ($Q_1\leqslant 2$ mg);
2) неточность навешивания встроенных гирь ($Q_2\leqslant 0{,}12$ mg);
3) неточность разновесов ($Q_3\leqslant 0{,}1$ mg);

Суммарная погрешность результата измерения массы пробы препарата не должна превышать 0,5% при доверительной вероятности P=0,95.

Форма записи результатов измерения массы в миллиграммах $\widetilde{X}_3\pm\Delta(\widetilde{X}_3)$, P=0,95.

Среднее значение результатов наблюдения теплового потока контролируемой пробы в милливаттах вычисляют по формуле

$$\widetilde{Y}=\frac{\sum_{1}^{n_j}Y_j}{n_j}. \qquad (17)$$

Оценку среднего квадратического отклонения результатов измерения теплового потока вычисляют по формуле

$$S(\tilde{Y})=\frac{1}{b}\sqrt{S_0^2\left[\frac{1}{n_j}+\frac{1}{n}+\frac{S^2(b)}{S_0^2\cdot b^2}(\tilde{Y}-\tilde{Y}_n)^2\right]}, \quad (18)$$

где Y_n — среднее значение теплового потока в n измерениях в процессе градуировки микрокалориметра.

Доверительную границу случайной погрешности результата измерения теплового потока вычисляют по формуле

$$\varepsilon(\tilde{Y})=t_\tau(P, f)\cdot S(\tilde{Y}), \quad (19)$$

где $t_\tau(P, f)$ — квантиль распределения Стьюдента при доверительной вероятности P и степенях свободы $f=n-2$.

Границу суммарной погрешности результата измерения теплового потока вычисляют по формуле

$$\Delta(\tilde{Y})=\frac{\varepsilon(\tilde{Y})+\Theta}{S(\tilde{Y})+\frac{\Theta}{k\sqrt{3}}}\sqrt{\frac{\Theta^2}{3k^2}+S^2(\tilde{Y})}, \quad (20)$$

где $\Theta=k\sqrt{\sum_1^m \theta_i^2}$ — граница неисключенной систематической погрешности результата измерения теплового потока, включающей следующие компоненты:

1) погрешность измерения падения напряжения на образцовом электрическом нагревателе и образцовой измерительной катушке ($Q_1\leqslant 0{,}02\%$, $P=0{,}95$);
2) погрешность учета потерь теплового потока в токоподводящих проводах ($Q_2\leqslant 0{,}01\%$, $P=0{,}95$);
3) погрешность, вносимую включением измерительного вольтметра в цепь ($Q_3\leqslant 0{,}01\%$, $P=0{,}95$);
4) погрешность измерения термоэлектродвижущей силы микрокалориметрических ячеек ($Q_4\leqslant 0{,}002\%$, $P=0{,}95$);
5) неидентичность микрокалориметрических ячеек ($Q_5\leqslant 0{,}01\%$, $P=0{,}95$).

$k=1{,}1$ при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

Удельную активность препарата рассчитывают по формуле в $TBq \cdot g^{-1}$

$$\tilde{a} = 1{,}1 \frac{\tilde{Y}}{\tilde{X}_3}, \qquad (21)$$

где 1,1 — переводной коэффициент от теплового потока в милливаттах к активности трития в TBq.

Относительную суммарную погрешность результата измерения удельной активности вычисляют по формулам:

$$\delta(\tilde{a}) = \sqrt{\delta^2(\tilde{X}_3) + \delta^2(\tilde{Y}) + \delta^2(Q)}, \qquad (22)$$

$$\delta(\tilde{X}_3) = \frac{\Delta(\tilde{X}_3)}{\tilde{X}_3}; \quad \delta(\tilde{Y}) = \frac{\Delta(\tilde{Y})}{\tilde{Y}}; \qquad (23)$$

где $\delta(Q)$ — ошибка в определении средней энергии бета-частиц при распаде трития;

$\delta(Q) = 0{,}05$ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Суммарная погрешность результата измерения удельной активности не должна превышать 6% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Форма записи результатов измерения удельной активности препарата в $Bq \cdot g^{-1}$: $\tilde{a} + \Delta\tilde{a}$, $P = 0{,}95$,

где $\Delta\tilde{a} = \tilde{a} \cdot \delta(\tilde{a})$. (24)

4.2. Определение водородного показателя pH

Определение водородного показателя pH препарата осуществляется с помощью pH-метра, прокалиброванного по стандартным буферным растворам.

Для измерений используют стандартный pH-метр с диапазоном измерения от 2 до 10 pH с чувствительностью не ниже 0,05 pH и погрешностью измерения не более 2% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Калибровку прибора проводят по следующим трем стандартным буферным растворам:

1) Раствор калия фталевокислого, кислого (0,05 $mol \cdot l^{-1}$, pH=4,0 при T=20°C);
2) Раствор калия фосфорнокислого однозамещенного

(0,025 mol·l^{-1}) и раствор натрия фосфорнокислого двузамещенного (0,025 mol·l^{-1}, pH=6,88 при T=20°C);

3) Раствор натрия тетраборного кислого (0,05 mol·l^{-1}, pH=9,22 при T=20°C).

Относительная суммарная погрешность результата измерения значения pH контролируемой пробы препарата не должна превышать 3% при доверительной вероятности P=0,95.

4.3. Проверка цвета и прозрачности

Цвет и прозрачность раствора воды тритированной контролируется визуально.

4.4. Контроль содержания примеси других радионуклидов

Отсутствие примеси других радионуклидов в препарате обеспечивается технологией производства.

4.5. Определение активности трития в ампулах с препаратом

Активность трития в ампулах с препаратом обеспечивается технологией дозировки.

4.6. Контроль радиоактивного загрязнения поверхности ампул

Отсутствие радиоактивного загрязнения поверхности ампул выше допустимого уровня обеспечивается процессом расфасовки, технологией герметизации и дезактивации ампул.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка

Препарат должен поставляться в запаянных ампулах из термостойкого стекла. Размеры ампул приведены на черт. 2.

Препараты объемом от 0,1 до 0,2 см^3 фасуют в ампулы объемом 1,0 см^3. В остальных случаях препарат фасуют в ампулы объемом 5,0 см^3.

Ампулу с препаратом помещают в герметичный пенал (черт. 3) и упаковывают в транспортный защитный контейнер.

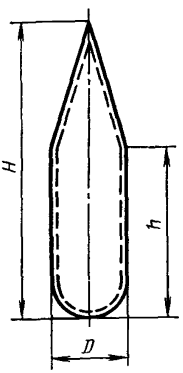
В наружную упаковку транспортного защитного контейнера вкладывают инструкцию по его эксплуатации и паспорт на препарат.

5.2. Маркировка

Маркировка ампулы должна соответствовать требованиям СТ СЭВ 2713—80.

5.3. Транспортирование

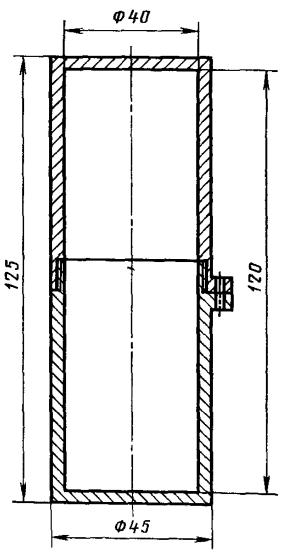
Ампулы с препаратом, упакованные в соответствии с требованиями п. 5.1, транспортируют автомобильным, железнодорожным и авиационным транспортом без ограничения расстояния в условиях, обеспечивающих температуру ампул не ниже +5°С.



мм

V, см³	D	h	H
5	14	50	70
1	10	20	30

Черт. 2



Черт. 3

5.4. Хранение

5.4.1. Ампулы с препаратом должны храниться в складских помещениях при температуре окружающей среды от +5° до +50°С.

5.4.2. Допустимый срок хранения препарата в ампулах: два месяца — для препаратов с удельной активностью от 2,0 до 4,0 $TBq \cdot g^{-1}$, шесть месяцев — для препаратов с удельной активностью от 0,5 до 1,0 $TBq \cdot g^{-1}$ и один год — для препаратов с удельной активностью от 0,1 до 0,2 $TBq \cdot g^{-1}$ и ниже, следующий за месяцем паспортизации препарата.

Конец

ИНФОРМАЦИОННОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Взаимосвязь СТ СЭВ 2716—80 с «Правилами безопасной перевозки радиоактивных веществ» МАГАТЭ

СТ СЭВ 2716—80	Правила МАГАТЭ
Разд. 5, п. 5.1	Правила безопасной перевозки радиоактивных веществ. Серия безопасности № 6. Пересмотренное издание, 1973 г., г. Вена

ИНФОРМАЦИОННОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ 2

1. ХАРАКТЕРИСТИКИ РАДИОНУКЛИДА ВОДОРОД-3

Радионуклид водород-3 — тритий — чистый бета-излучатель с периодом полураспада 12,34 года. Максимальная энергия бета-частиц составляет 2,98 fJ, а средняя их энергия 0,91 fJ.

Удельный тепловой поток, выделяемый при радиоактивном распаде трития, составляет 0,91 $mW \cdot TBq^{-1}$.

Максимальное (теоретически рассчитанное) значение удельной активности трития в препарате составляет 97,5 $TBq \cdot g^{-1}$.

2. ХАРАКТЕРИСТИКИ ^3H_2O

Молярная активность трития в ^3H_2O составляет 292,5 $TBq \cdot mol^{-1}$; удельная активность — 41,8 $TBq \cdot g^{-1}$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация СССР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области использования атомной энергии в мирных целях.
2. Тема — 10.300.04—78.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 48-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	Январь 1984 г.	Январь 1984 г.
ВНР	Июнь 1983 г.	Июнь 1984 г.
ГДР		
Республика Куба		
МНР		
ПНР		
СРР	Январь 1983 г.	
СССР	Январь 1983 г.	Январь 1984 г.
ЧССР	Январь 1983 г.	Январь 1984 г.

5. Срок первой проверки — 1989 г., периодичность проверки — 5 лет.

gost.e-ecolog.ru