2.11. Контроль показателей радиационной безопасности

ГОСТ Р 51730—2001

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды» (ГУП «ЦИКВ», ВНИИстандарт)

ВНЕСЕН Управлением продукции сельскохозяйственного производства, пищевой, легкой и химической промышленности Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 5 апреля 2001 г. № 167-ст

3 Настоящий стандарт учитывает требования международного стандарта ИСО 9696—92 «Качество воды. Измерение общей альфа-активности в неминерализованной воде. Метод с применением концентрированного источника»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определения и обозначения 2
4 Отбор проб 3
5 Средства измерений, оборудование и реактивы 3
6 Подготовка к выполнению измерений 4
7 Выполнение измерений 7
8 Обработка результатов определения 7
9 Характеристики погрешности 8
10 Оформление результатов определения 10
11 Контроль качества результатов определения 10
Приложение А Приготовление градуировочных источников и растворов . 11
Приложение Б Градуировка радиометра 14
Приложение В Контроль качества результатов определения 16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов

Drinking water.
Method for determination of summary specific radio-nuclei alpha-activity

Дата введения 2002—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в питьевой и природных водах, в том числе в водах источников водоснабжения в диапазоне 0,05—400 Бк/кг при объеме пробы не менее 1 $дм^3$. При определении суммарной удельной альфа-активности в пробе меньшего объема нижняя граница диапазона измерений пропорционально смещается в сторону увеличения своего значения.

Метод допускается применять для определения более высоких значений суммарной удельной альфа-активности радионуклидов разбавлением анализируемой пробы воды, но не более чем в 100 раз.

Допускаются к применению другие методы определения, соответствующие требованиям 3.4 ГОСТ Р 51232.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9412—93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

---

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51232—98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества

ГОСТ Р 51592—2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593—2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

3 Определения и обозначения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями и обозначениями физических величин:

3.1 **активность радионуклида *A*, Бк:** Отношение числа самопроизвольных превращений ядер ΔN данного радионуклида за время Δt, с, к этому интервалу времени

$$A = \Delta N/\Delta t\,. \qquad (1)$$

3.2 **беккерель, Бк:** Единица активности, равная одному ядерному превращению в секунду.

3.3 **удельная (объемная) активность радионуклида:** Отношение активности радионуклида в радиоактивном образце к массе (объему) образца.

3.4 **альфа-активность радионуклида A_α, Бк:** Отношение числа испускаемых данным радионуклидом альфа-частиц ΔN_α за время Δt к этому интервалу времени

$$A_\alpha = \Delta N_\alpha/\Delta t\,. \qquad (2)$$

3.5 **суммарная альфа-активность радионуклидов:** Сумма альфа-активностей всех радионуклидов, присутствующих в счетном образце.

3.6 **счетный образец:** Определенное количество солевого остатка, полученного из пробы и помещенного в измерительную чашку, предназначенное для измерений его радиационных параметров на радиометре.

3.7 **измерительная чашка:** Сосуд, предназначенный для размещения счетного образца, геометрические формы и размеры которого соответствуют применяемому радиометру.

3.8 **источник:** Измерительная чашка с размещенным в ней счетным образцом.

3.9 **поверхностная плотность счетного образца *d*, мг/см^2:** Отношение массы счетного образца m_c, мг, к площади поверхности измерительной чашки S, см^2, на которой размещен счетный образец

$$d = m_c/S. \qquad (3)$$

3.10 **скорость счета фоновых импульсов *f*, с$^{-1}$:** Отношение количества зарегистрированных радиометром импульсов N_f, не связанных с альфа-частицами,

от находящихся в измеряемом счетном образце радионуклидов за время регистрации t, к этому интервалу времени

$$f = N_f / t. \quad (4)$$

3.11 **скорость счета импульсов с источником n, $с^{-1}$:** Отношение количества импульсов, зарегистрированных радиометром с размещенным в нем источником N_n, за время регистрации t, к этому интервалу времени

$$n = N_n / t. \quad (5)$$

3.12 **скорость счета импульсов от счетного образца n_0, $с^{-1}$:** Разность скоростей счета импульсов с источником и фоновых импульсов

$$n_0 = n - f. \quad (6)$$

4 Отбор проб

Пробу воды отбирают в соответствии с ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593 в полиэтиленовую канистру. Объем пробы должен быть не менее 1 $дм^3$. Канистры для отбора, хранения и транспортирования проб предварительно промывают разбавленной 1:1 азотной кислотой, водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой.

Пробу консервируют азотной кислотой из расчета 10 $см^3$ концентрированной кислоты на 1 $дм^3$ пробы воды или 20 $см^3$ разбавленной 1:1 кислоты на 1 $дм^3$ пробы воды. Если время от отбора до начала анализа пробы не более 4 ч, допускается не проводить ее консервирование.

Срок хранения законсервированных проб при температуре от 0 до 8 °С не более 4 сут.

5 Средства измерений, оборудование и реактивы

Радиометр (альфа-радиометр или альфа-спектрометр, допускающий работу в режиме альфа-радиометра), обеспечивающий на нижней границе диапазона измерений суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в пробе погрешность не более 50 % при времени измерений не более 15 ч.

Рабочий эталон 1-го разряда — раствор радионуклида ^{241}Am или ^{238}Pu с номинальным значением удельной активности 10^2—10^4 Бк/г и погрешностью аттестации не более 5 %. Допускается использовать градуировочные источники, изготовленные и аттестованные в специализированных организациях.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169 и (или) градуированные по ГОСТ 29227.

Стаканы по ГОСТ 25336.

Емкость выпарительная из фторопласта или с фторопластовым покрытием вместимостью более 0,5 $дм^3$. Допускается использовать для предварительного выпаривания пробы емкости из термически и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла по ГОСТ 19908.

Чашки выпарительные из термически и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла по ГОСТ 19908, или фторопластовые, или с фторопластовым покрытием вместимостью 50—200 $см^3$.

Чашки (тигли) выпарительные из термически и химически стойкого стекла по ГОСТ 25336 или кварцевого стекла по ГОСТ 19908, или фторопластовые, или с фторопластовым покрытием вместимостью 10—50 $см^3$.

Чашки измерительные из алюминиевой фольги или нержавеющей стали толщиной 0,15—0,25 мм, диаметром не менее 30 мм, глубиной не более 3 мм.

Пипетка полиэтиленовая вместимостью 1—5 $см^3$ с оттянутым носиком.

Канистра полиэтиленовая вместимостью не менее 1 $дм^3$.

Емкость полиэтиленовая с завинчивающейся крышкой вместимостью 50—100 $см^3$.

Плитка электрическая с закрытой спиралью мощностью до 1000 Вт по ГОСТ 14919.

Лампа инфракрасная мощностью от 250 до 500 Вт.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Марля по ГОСТ 9412 или вата по ГОСТ 5556.

Шпатель из алюминиевой фольги или нержавеющей стали толщиной 0,2—1,0 мм.

Палочка фторопластовая.

Холодильник бытовой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929.

Кальций сернокислый безводный, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применять другие средства измерений, оборудование и реактивы с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов

6.1.1 Азотная кислота, разбавленная в соотношении 1:1

Один объем концентрированной азотной кислоты смешивают с одним объемом дистиллированной воды. Срок хранения раствора — 12 мес.

6.1.2 Раствор азотной кислоты концентрации 0,2 $моль/дм^3$

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора 14 $см^3$ концентрированной азотной кислоты помещают в колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора — 12 мес.

6.1.3 Градуировочные растворы радионуклида

Градуировочные растворы радионуклида ^{241}Am или ^{238}Pu различной удельной активности готовят в соответствии с приложением А.

6.2 Подготовка выпарительных и измерительных чашек и емкостей

Выпарительные и измерительные чашки и емкости тщательно моют горячей водой с моющим средством, заливают в них раствор азотной кислоты по 6.1.2, выдерживают в нем не менее 2 ч, сливают раствор азотной кислоты, промывают дистиллированной водой и сушат. Измерительные чашки дополнительно протирают ватным или марлевым тампоном, смоченным в этиловом спирте, и сушат.

6.3 Подготовка радиометра

Радиометр подготавливают к работе и устанавливают режимы проведения измерений в соответствии с инструкцией (руководством) по эксплуатации.

6.4 Приготовление градуировочных источников

Градуировочные источники без носителя и различной концентрации носителя (сульфата кальция) готовят в соответствии с приложением А. Допускается использовать градуировочные источники, изготовленные и аттестованные в специализированных организациях.

6.5 Градуировка радиометра

Градуировку радиометра проводят в соответствии с приложением Б.

6.6 Измерение скоростей счета (количества) фоновых импульсов

6.6.1 Измерение скорости счета (количества) фоновых импульсов радиометра

В отсутствие источника на радиометре измеряют скорость счета (количество) фоновых импульсов при продолжительности измерения t не менее 1 ч. Скорость счета фоновых импульсов радиометра f_0, $с^{-1}$ (фон радиометра) вычисляют по формуле (4).

Если результаты текущего f_0 и среднеарифметического трех предыдущих измерений скорости счета фоновых импульсов радиометра $\overline{f}_0$ отличаются более чем на $5(f_0/t)^{1/2}$, то дезактивируют измерительную камеру радиометра (6.6.3). После дезактивации повторяют измерение скорости счета фоновых импульсов радиометра.

Скорость счета фоновых импульсов радиометра измеряют не реже одного раза в 10 дней.

6.6.2 Измерение скорости счета (количества) фоновых импульсов радиометра с измерительной чашкой

Внутреннюю и внешнюю поверхности измерительной чашки протирают марлевым или ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом, помещают чашку на штатное место в измерительной камере радиометра и измеряют скорость счета (количество) фоновых импульсов при продолжительности измерения t не менее 1 ч. Вычисляют скорость счета фоновых импульсов с измерительной чашкой (фон радиометра с измерительной чашкой) f_a, $с^{-1}$, по формуле (4).

Если результаты текущего f_a и среднеарифметического трех предыдущих измерений скорости счета фоновых импульсов радиометра с измерительной чашкой $\overline{f}_a$ отличаются более чем на $5(f_a/t)^{1/2}$, то дезактивируют измерительную чашку (6.6.3). После дезактивации повторяют измерение скорости счета фоновых импульсов радиометра с измерительной чашкой.

Скорость счета фоновых импульсов радиометра с измерительной чашкой измеряют перед приготовлением источника.

6.6.3 Дезактивация

Съемные части измерительной камеры радиометра и (или) измерительную чашку помещают в емкость, приливают раствор азотной кислоты (6.1.2) так, чтобы они были покрыты раствором, выдерживают в нем не менее 2 ч, сливают раствор азотной кислоты, промывают дистиллированной водой и высушивают.

Внутреннюю поверхность измерительной камеры радиометра протирают марлевым или ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом.

6.7 Приготовление источника для измерения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов

6.7.1 Для приготовления источника отобранную пробу или часть пробы воды переливают в выпарительную емкость. Необходимый для анализа объем пробы

воды определяют исходя из предполагаемой или предварительно оцененной суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в пробе. Для проведения минерализации пробы в выпариваемую часть пробы воды добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты, если не проводилось ее консервирование, и 20 см^3 пероксида водорода на 1 дм^3 пробы.

Подготовленную пробу выпаривают на электрической плитке до объема 30—100 см^3, не допуская кипения. Остаток после выпаривания полностью переносят из выпарительной емкости в предварительно взвешенную выпарительную чашку вместимостью 50—200 см^3. Дно и стенки выпарительной емкости промывают небольшими порциями раствора азотной кислоты (6.1.2) и переносят в выпарительную чашку. Раствор в выпарительной чашке выпаривают до постоянной массы под инфракрасной лампой или на электрической плитке, не допуская кипения. Эти работы необходимо проводить в вытяжном шкафу. Допускается выпаривать пробу порциями. Для выпаривания пробы объемом не более 0,5 дм^3 допускается применять только выпарительную чашку вместимостью 50—200 см^3.

После охлаждения до комнатной температуры выпарительную чашку с солевым остатком взвешивают. Массу солевого остатка в выпарительной чашке $m_о$, г, вычисляют по формуле

$$m_о = m_{в.с} - m_в, \qquad (7)$$

где $m_{в.с}$ — масса выпарительной чашки с солевым остатком, г;

$m_в$ — масса выпарительной чашки, г.

Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 1 мг.

6.7.2 При массе солевого остатка менее 0,5 г в выпарительную чашку, перемешивая, порциями приливают дистиллированную воду до образования суспензии. Суспензию переносят при помощи полиэтиленовой пипетки в предварительно взвешенную измерительную чашку. Носиком полиэтиленовой пипетки равномерно распределяют суспензию по всей поверхности измерительной чашки и выпаривают содержимое измерительной чашки до постоянной массы под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании, не допуская кипения.

При неравномерном распределении остатка по дну измерительной чашки (определяют визуально) в чашку добавляют 1—1,5 см^3 этилового спирта, аккуратно перемешивают образовавшуюся суспензию носиком полиэтиленовой пипетки или тонкой фторопластовой палочкой, равномерно распределяя суспензию по всей поверхности измерительной чашки, и осторожно выпаривают этиловый спирт под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании, не допуская кипения.

После охлаждения измерительную чашку с солевым остатком взвешивают. Массу солевого остатка (счетного образца) $m_с$, г, вычисляют по формуле

$$m_с = m_{и.с} - m_и, \qquad (8)$$

где $m_{и.с}$ — масса измерительной чашки с солевым остатком, г;

$m_и$ — масса измерительной чашки, г.

Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,5 мг.

Плотность счетного образца — 2,0 г/см^3.

6.7.3 При массе солевого остатка более 0,5 г его переносят в измерительную чашку при помощи шпателя следующим образом:

- если солевой остаток после высушивания по 6.7.1 находится во влажном состоянии, в измерительную чашку добавляют 0,5—1,0 см^3 этилового спирта и, аккуратно перемешивая шпателем образовавшуюся суспензию, равномерно распределяют ее по всей поверхности измерительной чашки. Осторожно выпаривают этиловый спирт под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании, не допуская кипения. Плотность счетного образца — 1,3 г/см^3;
- если солевой остаток после высушивания по 6.7.1 находится в сухом состоянии, его измельчают в выпарительной чашке при помощи фторопластового пестика до размеров зерен менее 1 мм (определяют визуально). Допускается измельчать твердый остаток, помещая его в конверт, сложенный из кальки или плотного листа писчей бумаги, при помощи пестика из фторопласта, металла, фарфора. После переноса солевого остатка при помощи шпателя в предварительно взвешенную измерительную чашку его уплотняют шпателем или пестиком с плоским торцом. При необходимости источник сушат под инфракрасной лампой или на электрической плитке при слабом нагревании. Плотность счетного образца — 1,2 г/см^3.

После охлаждения до комнатной температуры источник взвешивают. Массу счетного образца вычисляют по формуле (8). Расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 1 мг.

При массе солевого остатка более 1 г его плотность рекомендуется определять, измеряя объем солевого остатка при помощи мерного цилиндра вместимостью 10 см^3.

Если объем солевого остатка превышает вместимость измерительной чашки, для приготовления счетного образца используют часть полученного солевого остатка.

7 Выполнение измерений

Источник, подготовленный по 6.7, помещают в измерительную камеру радиометра, измеряют скорость счета (количество) импульсов с источником и вычисляют результат измерений.

Для расчета требуемой продолжительности времени измерений $t_и$ проводят измерения не менее 15 мин и обрабатывают результаты измерений (9.2—9.5). При необходимости повторно проводят измерения источника при времени измерения $t_и$.

Измерение должно быть закончено не позднее чем через 15 ч после приготовления источника.

При использовании компьютерных систем сбора и обработки аналитической информации данные об источнике и результаты измерений фоновых импульсов и источника заносят в память компьютера (на магнитный носитель электронно-вычислительной машины).

8 Обработка результатов определения

8.1 Суммарную альфа-активность радионуклидов в счетном образце A_α, Бк, вычисляют по формуле

$$A_\alpha = n_0 m_0 / \varepsilon m_c \,, \qquad (9)$$

где n_0 — скорость счета импульсов от счетного образца, $с^{-1}$, вычисленная по формуле (6);

m_0 — масса солевого остатка в выпарительной чашке, г;

ε — эффективность регистрации, вычисленная по приложению Б;

m_c — масса счетного образца, г.

После измерений по разделу 7 рекомендуется снова взвесить источник. За массу счетного образца принимают среднеарифметическое значение масс, вычисленных по формуле (8) до и после измерений образца на радиометре.

8.2 Плотность пробы анализируемой воды $\rho_в$, г/см^3 (кг/дм^3), вычисляют по формуле

$$\rho_в = (1000 + m_0)/V, \qquad (10)$$

где 1000 — масса 1 дм^3 воды, г;

m_0 — масса солевого остатка в выпарительной чашке, г;

V — объем пробы анализируемой воды, использованный для приготовления счетного образца, см^3.

Если масса солевого остатка после выпаривания 1 дм^3 пробы воды не более 20 г, допускается плотность пробы анализируемой воды принимать равной 1,0 г/см^3 (кг/дм^3).

8.3 Суммарную удельную альфа-активность радионуклидов в анализируемой пробе воды a_α, Бк/кг, вычисляют по формуле

$$a_\alpha = A_\alpha / V\rho_в, \qquad (11)$$

где A_α — суммарная альфа-активность радионуклидов в счетном образце, Бк;

V — объем пробы воды, дм^3;

$\rho_в$ — плотность пробы воды, г/см^3 (кг/дм^3).

9 Характеристики погрешности

9.1 Границы допустимых значений относительной погрешности измерений суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в анализируемой пробе воды при вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерения, Бк/кг	Границы допустимых значений относительной погрешности ±δ, %, P = 0,95, не более
От 0,05 до 1,0 включ. Св. 1,0 » 400 »	50 35

9.2 Относительное среднеквадратичное отклонение (СКО) скорости счета (количества) импульсов от счетного образца $S(n_0)$ вычисляют по формуле

$$S(n_o) = (N_n + N_f)^{1/2}(N_n - N_f)^{-1}, \qquad (12)$$

где N_n — количество импульсов, зарегистрированных радиометром с источником за время t, $N_n = nt$;

N_f — количество фоновых импульсов с источником за время t, $N_f = ft$;

n — скорость счета импульсов с источником, $с^{-1}$;

f — скорость счета фоновых импульсов, $с^{-1}$.

Значения N_n и N_f вычисляют для времени, при котором проводилось измерение скорости счета (количества) импульсов с источником $t = t_и$. Для расчета требуемой продолжительности времени измерений $t_и$ по формуле (18) значения N_n и N_f вычисляют для времени t, равного 1 ч.

9.3 Скорость счета фоновых импульсов с источником f, $с^{-1}$, вычисляют по формулам:

$$f = (1—K_f)\, f_0 + K_f f_a \qquad \text{для } (R—l—d)>0, \tag{13}$$

$$f = f_0 \qquad \text{для } (R—l—d)\le 0, \tag{14}$$

где f_0 — скорость счета фоновых импульсов радиометра, $с^{-1}$;

f_a — скорость счета фоновых импульсов радиометра с измерительной чашкой, $с^{-1}$;

$K_f = (R—l—d)R^{-1}$;

R — средняя длина пробега альфа-частиц, испускаемых радионуклидами, $мг/см^2$;

l — суммарная поверхностная плотность слоя воздуха и входного окна детектора, $мг/см^2$;

d — поверхностная плотность счетного образца, $мг/см^2$, вычисленная по формуле (3).

Значения параметров R и l вычисляют по приложению Б.

9.4 Границу суммарной относительной неисключенной систематической погрешности измерений Θ вычисляют по формуле

$$\Theta = [0{,}83\ (\delta_г)^{\,2} + 0{,}079]^{\,1/2}, \tag{15}$$

где $\delta_г$ — полная относительная погрешность градуировки радиометра, вычисленная по приложению Б;

0,83 — множитель, соответствующий доверительной вероятности $P = 0{,}95$;

0,079 — суммарное значение эмпирических величин, учитывающих возможные неоднородности распределения радионуклидов в счетном образце и отличие энергий альфа-частиц, испускаемых этими радионуклидами, от средней энергии альфа-частиц, испускаемых радионуклидами в градуировочных источниках.

9.5 Расчетную относительную погрешность измерений суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в анализируемой пробе воды $\delta_р$ вычисляют по формуле

$$\delta_р = t_\Sigma S_\Sigma, \tag{16}$$

где $S_\Sigma = [(S(n_0))^2 + \Theta^{2/3}]^{1/2}$. Для оценки $\delta_р$ допускается проводить вычисления при $\Theta^{2/3} = 0{,}03$;

t_Σ — коэффициент, соответствующий 5 %-ному уровню значимости композиции распределений случайных и неисключенных систематических погрешностей. Для оценки $\delta_р$ допускается проводить вычисления при $t_\Sigma = 2$.

Если $\delta_р \le 0{,}01\delta$, вычисляют погрешность измерения Δa, Бк/кг, суммарной

удельной альфа-активности радионуклидов в анализируемой пробе воды по формуле

$$\Delta a = 0{,}01\delta a_{\alpha}\,, \qquad (17)$$

где δ — характеристика погрешности (границы допустимых значений относительной погрешности) определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов, % (таблица 1);

a_{α} — суммарная удельная альфа-активность радионуклидов в анализируемой пробе воды, Бк/кг.

Если $\delta_{р}>0{,}01\delta$, выполняют повторное измерение по разделу 7 при продолжительности измерения $t_{и}$, ч, равном

$$t_{и} \geq K_{и}(S(n_0))^2, \qquad (18)$$

где $K_{и}$ — коэффициент пересчета, равный 15 в диапазоне измерений 0,05—1,0 Бк/кг и равный 25 в диапазоне измерения свыше 1,0 Бк/кг;

$S(n_0)$ — ОСКО скорости счета (количества) импульсов от счетного образца.

10 Оформление результатов определения

Результат определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в анализируемой пробе воды a_{α}, Бк/кг, представляют в виде:

$$a_{\alpha} \pm \Delta a\,,$$

где Δa — абсолютная погрешность определения суммарной удельной альфа-активности радионуклидов в пробе воды, Бк/кг, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

11 Контроль качества результатов определения

Качество результатов определения контролируют не реже одного раза в 3 мес (приложение В).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Приготовление градуировочных источников и растворов

А.1 Приготовление градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) удельной активностью от 100 до 500 Бк/г

Градуировочный раствор радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) удельной активностью от 100 до 500 Бк/г готовят на основе рабочего эталона 1-го разряда — раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) (далее — эталонного раствора) номинальной удельной активностью 10^3—10^4 Бк/г разбавлением эталонного раствора раствором азотной кислоты (6.1.2) в емкости вместимостью 50—100 см^3, изготовленной из полимерного материала с завинчивающейся крышкой. Емкость маркируют и взвешивают. Необходимый объем эталонного раствора V_0, см^3, для получения требуемой удельной активности градуировочного раствора вычисляют по формуле

$$V_0 = a_г V_г / a_0, \qquad (А.1)$$

где $a_г$ — удельная активность градуировочного раствора, Бк/г;

$V_г$ — объем приготавливаемого градуировочного раствора, см^3;

a_0 — удельная активность эталонного раствора, Бк/г.

Пипеткой отбирают аликвотную часть эталонного раствора радионуклида объемом V_0, см^3, переносят в емкость из полимерного материала и взвешивают. Массу отобранной части эталонного раствора m_0, мг, определяют по разности масс емкости из полимерного материала с отобранной частью эталонного раствора и этой емкости.

Мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 отмеряют объем азотной кислоты (6.1.2), равный ($V_г$—V_0), см^3, переливают его в маркированную емкость с частью эталонного раствора и взвешивают. Емкость плотно закрывают завинчивающейся крышкой и раствор тщательно перемешивают взбалтыванием.

Удельную активность полученного градуировочного раствора $a_г$, Бк/г, вычисляют по формуле

$$a_г = a_0 m_0 / m_г, \qquad (А.2)$$

где a_0 — удельная активность эталонного раствора, Бк/г;

m_0 — масса эталонного раствора, г;

$m_г$ — масса градуировочного раствора, г, определяемая по разности масс емкости из полимерного материала с градуировочным раствором и этой емкости.

Срок хранения раствора в плотно закрытой емкости из полимерного материала не более 6 мес.

А.2 Приготовление градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu) удельной активностью $a_г$ = (0,100±0,005) Бк/г

Градуировочный раствор готовят из градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.1 с использованием емкости из полимерного материала с завинчивающейся крышкой разбавлением (по массе) раствором азотной кислоты (6.1.2). Срок хранения приготовленного раствора в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 6 мес.

А.3 Приготовление градуировочного источника с радионуклидом ^{241}Am (^{238}Pu) без носителя активностью от 100 до 500 Бк

Поверхность измерительной чашки протирают ватным или марлевым тампоном,

смоченным этиловым спиртом, и высушивают под инфракрасной лампой, затем взвешивают, определяя массу пустой измерительной чашки.

В измерительную чашку помещают 1 см^3 градуировочного раствора ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.1, и взвешивают. Массу градуировочного раствора m_A, г, определяют по разности масс измерительной чашки с градуировочным раствором и измерительной чашки.

Вычисляют активность A_0, Бк, радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), внесенного в измерительную чашку, по формуле

$$A_0 = a_г m_A, \qquad (А.3)$$

где $a_г$ — удельная активность градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), Бк/г, приготовленного по А.1;

m_A — масса градуировочного раствора, г.

Равномерно распределяют раствор по поверхности измерительной чашки и выпаривают под инфракрасной лампой, не доводя его до кипения.

После остывания до комнатной температуры измерительную чашку с содержимым взвешивают. Массу счетного образца градуировочного источника $m_{г.и}$, г, определяют по разности масс измерительной чашки со счетным образцом и измерительной чашки.

Активность счетного образца градуировочного источника без носителя $A_{г.и}$, Бк, равна активности A_0, Бк.

Поверхностную плотность счетного образца градуировочного источника $d_{г.и}$, мг/см^2, вычисляют по формуле

$$d_{г.и} = m_{г.и}/S, \qquad (А.4)$$

где $m_{г.и}$ — масса счетного образца градуировочного источника, мг;

S — площадь дна измерительной чашки, см^2.

Плотность счетного образца — 2 г/см^3.

Срок годности градуировочного источника — 1,5 года со дня изготовления.

А.4 Приготовление градуировочного источника с радионуклидом ^{241}Am (^{238}Pu) с носителем (сульфатом кальция) с различной поверхностной плотностью и активностью от 100 до 500 Бк

Готовят градуировочные источники с носителем (сульфатом кальция) расчетной поверхностной плотностью (10±2), (20±2), (30±2), (40±2), (60±4), (80±4), (100±4), (150±10) и (200±10) мг/см^2.

Допускается изготовлять не более восьми градуировочных источников с носителем разной поверхностной плотности.

При глубине измерительной чашки менее 2 мм допускается изготовлять не более шести градуировочных источников с носителем разной поверхностной плотности, наилучшим образом характеризующим поверхностную плотность счетного образца, приготовленного из анализируемой воды.

Выпарительную чашку вместимостью 10—50 см^3 тщательно моют горячей водой с моющим средством, затем протирают ее ватным или марлевым тампоном, смоченным этиловым спиртом, сушат под инфракрасной лампой и взвешивают, определяя массу пустой выпарительной чашки.

В выпарительную чашку помещают навеску сульфата кальция (сернокислого кальция) массой m_{Ca}, мг, равную

$$m_{Ca} = d_р S, \qquad (А.5)$$

где S — площадь дна измерительной чашки, см^2;

$d_р$ — расчетная поверхностная плотность счетного образца градуировочного источника с носителем, мг/см^2.

В выпарительную чашку с сульфатом кальция добавляют дистиллированную воду до полного смачивания порошка и тщательно перемешивают полученную смесь. Взвешивают выпарительную чашку с сульфатом кальция и дистиллированной водой, определяя ее массу.

В выпарительную чашку с сульфатом кальция и дистиллированной водой вносят 1 $см^3$ градуировочного раствора ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.1, тщательно перемешивают полученную суспензию, взвешивают ее, определяя массу выпарительной чашки с суспензией. Массу градуировочного раствора m_A в граммах определяют по разности масс выпарительной чашки с суспензией и выпарительной чашки с сульфатом кальция и дистиллированной водой.

Вычисляют активность внесенного раствора радионуклида A_0, Бк, по формуле (А.3).

Суспензию выпаривают под инфракрасной лампой до постоянной массы, не доводя до кипения. После остывания до комнатной температуры выпарительную чашку с содержимым взвешивают. Массу солевого остатка m_c, г, определяют по разности масс выпарительной чашки с содержимым и пустой выпарительной чашки. С помощью шпателя измельчают солевой остаток в чашке.

Поверхность измерительной чашки протирают ватным или марлевым тампоном, смоченным этиловым спиртом. Сушат измерительную чашку под инфракрасной лампой. Взвешивают пустую измерительную чашку.

Солевой остаток из выпарительной чашки переносят в измерительную чашку при помощи шпателя. Размещают его ровным слоем по всей поверхности дна измерительной чашки и уплотняют с помощью шпателя.

Взвешивают измерительную чашку с содержимым. Массу солевого остатка (счетного образца градуировочного источника) $m_{г.и}$, в граммах определяют по разности масс измерительной чашки со счетным образцом и измерительной чашки.

Приливают в измерительную чашку 3—5 капель этилового спирта и сушат источник под инфракрасной лампой, не доводя до кипения.

Активность счетного образца градуировочного источника $A_{г.и}$, Бк, вычисляют по формуле

$$A_{г.и} = A_0 m_{г.и}/m_c, \qquad (А.6)$$

где A_0 — активность радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), внесенного в измерительную чашку, Бк, рассчитанная по формуле (А.3);

$m_{г.и}$ — масса счетного образца градуировочного источника, г;

m_c — масса солевого остатка в выпарительной чашке, г.

Поверхностную плотность счетного образца градуировочного источника $d_{г.и}$, $мг/см^2$, вычисляют по формуле (А.4).

Плотность счетного образца градуировочного источника — 1,1 $г/см^3$.

Приготовленные градуировочные источники маркируют.

Срок годности градуировочных источников с носителем (сульфатом кальция) — 1,5 года со дня изготовления. Градуировочные источники следует хранить в закрытой емкости, исключающей механические повреждения.

Допускается использовать градуировочные источники, приготовленные и аттестованные специализированными предприятиями.

А.5 Контроль альфа-активности применяемых реактивов

Готовят градуировочный источник с носителем (сульфатом кальция) расчетной поверхностной плотностью (200±10) $мг/см^2$ (А.4), но без внесения градуировочного раствора ^{241}Am (^{238}Pu), и проводят измерения по 6.6.2.

Если результаты текущего f_c и среднеарифметического трех предыдущих измерений скорости счета фоновых импульсов радиометра с измерительной чашкой $\overline{f}_c$ отличаются

более чем на $5(f_c/t)^{1/2}$ и (или) альфа-активность радионуклидов в применяемых реактивах более 0,05 Бк, заменяют используемые реактивы и повторяют измерение скорости счета (количества) фоновых импульсов измерительной чашки с реактивами.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Градуировка радиометра

Б.1 Радиометр градуируют для определения зависимости эффективности регистрации альфа-частиц от поверхностной плотности источника. Градуировку выполняют с помощью градуировочных источников разной поверхностной плотности.

Б.2 Проводят измерения по 6.6.2 и разделу 7 с градуировочными источниками, приготовленными по А.3 и А.4. Продолжительность измерений с градуировочными источниками выбирают такой, чтобы суммарное число зарегистрированных импульсов составляло не менее 5000.

Б.3 Для каждого из измеренных градуировочных источников активность его счетного образца на дату выполнения измерений $A(t)$, Бк, вычисляют по формуле

$$A(t) = A_{г.и}\, e^{-0{,}6931\, t / T}, \qquad (Б.1)$$

где $A_{г.и}$ — активность счетного образца каждого градуировочного источника на дату его изготовления, Бк, рассчитанная по приложению А;

t — интервал времени от изготовления источника до его измерения, годы;

T — период полураспада радионуклида (для ^{241}Am $T = 432{,}2$ лет, для ^{238}Pu $T = 87{,}74$ лет);

e — основание натурального логарифма.

Б.4 Для каждого из измеренных градуировочных источников вычисляют эффективность регистрации ε_0 и случайную погрешность ее определения $\delta\varepsilon_0$ по формулам:

$$\varepsilon_0 = n_0 / \nu \cdot A\,(t)\,, \qquad (Б.2)$$

$$\delta\varepsilon_0 = 2\, S\,(n_0)\,, \qquad (Б.3)$$

где $S\,(n_0)$ — ОСКО скорости счета (количества) импульсов от счетного образца градуировочного источника, вычисленное по формуле (14);

n_0 — скорость счета импульсов счетного образца градуировочного источника, $с^{-1}$;

ν — доля, которую составляет альфа-распад по отношению ко всем видам ядерных превращений радионуклида (для ^{241}Am $\nu = 0{,}98$, для ^{238}Pu $\nu = 1{,}00$);

$A(t)$ — активность счетного образца градуировочных источников на дату выполнения измерений, Бк;

2 — коэффициент, отвечающий доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Б.5 Абсолютную погрешность измеренной эффективности регистрации $\Delta\varepsilon_0$ вычисляют по формуле

$$\Delta\varepsilon_0 = \varepsilon_0 \, \delta \, \varepsilon_0 , \qquad (Б.4)$$

где ε_0 — эффективность регистрации счетного образца каждого градуировочного источника;

$\delta\varepsilon_0$ — случайная погрешность эффективности регистрации счетного образца каждого градуировочного источника.

Б.6 Варьируя значения параметров R, l, α_1 и α_2, находят такие, при которых выражение Б.5 становится минимальным:

$$F(R, l, \alpha_1, \alpha_2) = \Sigma[(\varepsilon_0 - \varepsilon)/\Delta\varepsilon_0]^2 , \qquad (Б.5)$$

где $\Delta\varepsilon_0$ — абсолютная погрешность измеренной эффективности регистрации счетного образца каждого градуировочного источника;

ε — эффективность регистрации счетного образца каждого измеряемого источника, вычисленная по формулам:

$$\varepsilon = \alpha_1(1 + 0{,}01\alpha_2 d/\rho)\,(R - l - 0{,}5d + 0{,}00129d/\rho)R^{-1} \quad \text{для } (R—l—d)>0, \qquad (Б.6)$$

$$\varepsilon = 0{,}5\alpha_1(1 + 0{,}01\alpha_2 d/\rho)\,(R - l + 0{,}00129d/\rho)^2 R^{-1}\, d^{-1} \quad \text{для } (R—l—d)\le 0, \qquad (Б.7)$$

где α_1— телесный угол от поверхности измерительной чашки площадью S, на которой размещен счетный образец на детектор в долях 4π;

α_2 — поправочный коэффициент, учитывающий изменение телесного угла при увеличении поверхностной плотности источника;

d — поверхностная плотность счетного образца, мг/см^2;

ρ — плотность счетного образца, г/см^3;

R — средняя длина пробега альфа-частиц, испускаемых радионуклидом, использованным при градуировке радиометра, мг/см^2. Как правило, значение величины R лежит в интервале от 5 до 8 мг/см^2;

l — суммарная поверхностная плотность слоя воздуха и входного окна детектора, мг/см^2. $l = 0{,}129h$, где

h — расстояние от дна измерительной чашки до входного окна детектора альфа-излучения, мм. Для оценки значения величины $(R—l—d)$ допускается проводить вычисления при значении $l = 1$ мг/см^2. Допускается рассчитывать эффективность регистрации счетного образца источника, приготовленного из анализируемой пробы воды, на основании градуировочной зависимости эффективности регистрации счетных образцов градуировочных источников ε_0 от поверхностной плотности счетных образцов этих градуировочных источников d.

Б.7 Случайную относительную погрешность градуировки радиометра δ_c вычисляют по формуле

$$\delta_c = t_c[(n_и(n_и - 1))^{-1}\Sigma X_n^2]^{1/2} , \qquad (Б.8)$$

где t_c — коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности $P = 0{,}95$ при числе степеней свободы $n—1$;

$n_и$ — количество градуировочных источников;

$X_n = (\varepsilon_0 - \varepsilon)/\varepsilon$.

Б.8 Полную относительную погрешность градуировки радиометра $\delta_г$ вычисляют по формуле

$$\delta_г = [(\delta_c)^2 + (1{,}1\ \delta_a)^2]^{1/2}\ , \qquad (Б.9)$$

где δ_a — относительная погрешность удельной активности рабочего эталона 1-го разряда — раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), приведенная в свидетельстве об его аттестации ($\delta_a \le 0{,}05$).

Для оценки полной относительной погрешности градуировки радиометра $\delta_г$ допускается проводить вычисления при значении величины $\delta_c = 0{,}1$.

Б.9 Градуировку радиометра выполняют не реже одного раза в 3 года, а также при изменении диаметра или глубины измерительной чашки, изменении расстояния от дна измерительной чашки до детектора.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

Контроль качества результатов определения

В.1 Контроль качества результатов определения выполняют не реже одного раза в 3 мес, используя контрольную пробу воды, приготовленную следующим образом: к 1 дм^3 дистиллированной воды добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты, 20 см^3 пероксида водорода, (200±20) мг сернокислого кальция и 2 см^3 градуировочного раствора радионуклида ^{241}Am (^{238}Pu), приготовленного по А.2.

Из контрольной пробы воды готовят контрольный источник по 6.7 и выполняют измерения в соответствии с разделом 7. Обработку результатов измерений проводят по разделу 8 и вычисляют измеренную суммарную альфа-активность радионуклидов в счетном образце контрольного источника A_α, Бк.

В.2 Действительное значение суммарной альфа-активности радионуклидов в контрольной пробе $A_к$, Бк, вычисляют по формуле

$$A_к = \rho_г\ V_г a_г\ , \qquad (В.1)$$

где $\rho_г$ — плотность градуировочного раствора. Для расчета $A_к$ плотность градуировочного раствора считают равной 1,0 г/см^3;

$V_г$ — объем градуировочного раствора, см^3;

$a_г$ — удельная активность градуировочного раствора, Бк/г, приготовленного по А.2.

В.3 Вычисляют относительное отклонение δ_A, %, измеренного значения суммарной альфа-активности радионуклидов в счетном образце контрольного источника от его действительного значения по формуле

$$\delta_A = 100(A_\alpha - A_к)/A_к\ , \qquad (В.2)$$

где A_α — измеренная суммарная альфа-активность радионуклидов в счетном образце контрольного источника, Бк, вычисленная по формуле (11);

$A_к$ — действительное значение суммарной альфа-активности радионуклидов в контрольной пробе, Бк.

Значение δ_A не должно превышать значения относительной погрешности (границы допустимых значений относительной погрешности) измерений δ, %, указанного в таблице 1.

Если это условие не выполняется, то проверяют техническое состояние радиометра, правильность подготовки счетного образца контрольного источника, проведения измерений, использования градуировочного раствора и повторяют процедуру контроля качества. При повторном получении неудовлетворительного результата проводят градуировку радиометра.

ОКС 13.060.20 Н09 ОКП 01 3100

Ключевые слова: питьевая вода, суммарная удельная альфа-активность, альфа-радиометр, определение альфа-активности радионуклидов

gost.e-ecolog.ru