

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
9696**

Второе издание
2007-11-15

Качество воды. Измерение суммарной альфа-активности в неминерализованной воде. Метод с применением концентрированного источника

*Water quality — Measurement of gross alpha-activity in non-saline
water — Thick source method*

ISO 9696:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007>



Ссылочный номер
ISO 9696:2007(R)

© ISO 2007

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9696:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2007

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Обозначения, определения и единицы измерения	2
4 Принцип	3
5 Реактивы и оборудование	3
6 Процедура	5
7 Контроль загрязнения	8
8 Выражение результатов	9
9 Протокол испытания.....	11
Библиография.....	13

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9696:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007>

Предисловие

Международная организация по стандартизации ISO является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO осуществляет тесное сотрудничество с международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Обращается внимание на возможность патентования некоторых элементов данного международного стандарта. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав.

ISO 9696 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*.

Это второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 9696:1992), которое технически пересмотрено.

[ISO 9696:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/380f2360-7e0d-4dbc-8866-aeffbaf6759a/iso-9696-2007>

Качество воды. Измерение суммарной альфа-активности в неминерализованной воде. Метод с применением концентрированного источника

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лица, использующие этот международный стандарт, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не касается всех проблем безопасности, если таковые имеются, связанные с его использованием. Пользователь сам должен устанавливать соответствующие меры по безопасности и защите здоровья и обеспечивать соответствие национальным регламентам.

ВАЖНО — Важно, чтобы испытания, соответствующие этому международному стандарту, проводились соответственно обученным персоналом.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения суммарной альфа-активности для альфа-излучающих радионуклидов в неминерализованных водах, которые являются не летучими при 350 °С. Можно определять летучие радионуклиды, измеряемые в пределах, определяемых периодом полураспада, сохранением матрицы (летучих видов) и продолжительностью измерения (время счета).

Метод применим для сырой и питьевой воды.

Область применения зависит от количества суспендированного вещества в воде и от рабочих характеристик (фоновая скорость счета и эффективность счета) счетчика.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 31-9, *Величины и единицы измерения. Часть 9. Атомная и ядерная физика*

ISO 5667-1, *Качество воды. Отбор проб. Часть. 1. Руководство по составлению программ и методикам отбора проб*

ISO 5667-3, *Качество воды. Отбор проб. Часть. 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды*

ISO 5667-14, *Качество воды. Отбор проб. Часть. 14. Руководство по обеспечению качества при отборе проб природных вод и обращении с ними*

ISO/IEC 17025, *Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий*

Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML

3 Обозначения, определения и единицы измерения

Применительно к настоящему документу используются определения, обозначения и сокращения, определенные в ISO 31-9, а также следующие обозначения.

V_t	Объем пробы воды, в литрах
V	Объем анализируемой пробы, в литрах, эквивалентный массе твердого вещества в чашке
m	Масса, в миллиграммах, прокаленного остатка из объема V
m_r	Масса остатка, осажденного из пробы в чашке, в миллиграммах
A	Альфа-активность калибровочного источника, в беккерелях
c_A	Концентрация альфа-активности, в беккерелях на литр
t_0	Время фонового счета, в секундах
t_g	Время счета образца, в секундах
r_0	Фоновая скорость счета, в секунду
r_g	Суммарная скорость счета образца, в секунду
r_s	Калибровочная скорость счета, в секунду
ε	Счет эффективности установленного калибровочного источника
S	Площадь дна емкости в квадратных миллиметрах
$u(c_A)$	Стандартная погрешность, связанная с результатом измерения, в беккерелях на литр
U	Расширенная погрешность, вычисленная посредством $U = k \cdot u(a)$ при $k = 1, 2, \dots$, в беккерелях на литр
c_A^*	Порог принятия решения, в беккерелях на литр
$c_A^\#$	Предел детектирования, в беккерелях на литр
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	Нижний и верхний пределы доверительного интервала, в беккерелях на литр

4 Принцип

Суммарную альфа-активность определяют посредством пропорционального счета или счета сцинтилляций от твердого водного остатка в измерительной ёмкости. Из-за сильной абсорбции осажденного остатка считается, что альфа-излучение от его поверхности пропорционально альфа-активности осадка.

Суммарное определение альфа-активности является не абсолютным определением альфа-радиоактивного содержания в пробе, а относительным определением специфического альфа-излучателя, который составляет эталонный калибровочный источник. Этот тип определения известен также как определение альфа-индекса.

Пробу окисляют для обеспечения устойчивости, выпаривают почти до сухости, преобразуют в сульфатную форму и затем прокаливают при 350 °С. Часть остатка переносят в измерительную чашку и измеряют альфа-активность, подсчитывая ее посредством детектора альфа-частиц или системы счета, предварительно калиброванной по альфа-излучающему эталону, и вычисляют концентрацию альфа-активности.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Реактивы

Кроме аттестованного стандартного раствора, все реактивы должны быть признанной аналитической чистоты и не иметь никакой измеримой альфа-активности.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод приготовления холостых реактивов для контроля эндемической радиоактивности приводится в Приложении 7.

5.1.1 Вода, дистиллированная или деионизированная, для всех применений.

5.1.2 Аттестованный стандартный раствор

Калибровочная лаборатория устанавливает прослеживаемую связь своих собственных измерительных эталонов и измерительных приборов с Международной системой единиц (SI) посредством неразрывной цепи калибровок или сличений, связывая их с соответствующими первичными эталонами единиц измерения SI. Связь с единицами измерения SI может быть получена путем ссылки на национальные измерительные эталоны. Национальные измерительные эталоны могут быть первичными эталонами, которые являются первичными реализациями единиц SI или согласованными представлениями единиц SI на основе фундаментальных физических постоянных, или они могут быть вторичными эталонами, которые являются эталонами, калиброванными другим национальным метрологическим институтом. При использовании внешних калибровочных услуг прослеживаемость измерения должна быть обеспечена использованием калибровочных услуг от лабораторий, которые могут продемонстрировать компетентность, способность к измерению и прослеживаемость. Сертификаты калибровки, выпускаемые этими лабораториями, должны содержать результаты измерения, включающие погрешность измерения и/или заявление о соответствии идентифицированным метрологическим характеристикам.

Выбор альфа-эталоны будет зависеть от знания того, какой тип радиоактивного загрязнения может присутствовать в анализируемых водах. В общем, это означает выбор между природными и искусственными альфа-излучателями.

Среди эталонных растворов искусственных альфа-излучающих радионуклидов обычно используются ^{241}Am и ^{239}Pu . Когда используется ^{239}Pu , следует учитывать примесь ^{241}Pu , так как она приводит к росту ^{241}Am в приготовленных эталонных растворах источников. Когда используется ^{241}Am , следует учитывать потенциальные помехи гамма-излучения или перекрестные помехи альфа-бета излучения (см. Ссылку [1]).

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Урановое соединение аттестованного природного или известного изотопного состава имеет одно спорное преимущество, состоящее в том, что удельную активность можно вычислить из установленных физических постоянных и из данных относительного содержания изотопа, которые не зависят от калибровочных процедур в конкретной организации.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Кроме того, поскольку энергии альфа-излучений из урановых изотопов меньше, чем из искусственных трансурановых нуклидов, использование уранового эталона имеет тенденцию к высоким результатам для трансурановых нуклидов. Некоторые организации предпочитают ошибиться в сторону повышения в ситуациях, когда истинный состав не известен.

5.1.3 Азотная кислота, $c(\text{HNO}_3) = 8$ моль/л.

5.1.4 Серная кислота, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18$ моль/л, $\rho = 1,84$ г/мл, массовая доля $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95$ %.

5.1.5 Летучие органические растворители.

Метанол и ацетон.

5.1.6 Винацетат.

5.1.7 Сульфат кальция, CaSO_4 .

Так как соли кальция могут содержать незначительные количества ^{226}Ra и/или ^{210}Pb , должен проводиться контроль на присутствие этих нуклидов.

5.2 Оборудование

5.2.1 Обычное лабораторное оборудование.

5.2.2 Счетчик альфа-частиц.

Альфа-активность подсчитывают, используя или сцинтилляционный экран из сульфида цинка, активированного серебром, кремниевый детектор заряженных частиц [ионно-имплантированный кремниевый детектор или детектор с поверхностным барьером (SSB)] или поточный газовый пропорциональный счетчик (без окошка и с окошком ≤ 100 мкг · см⁻²).

Если используется поточный газовый пропорциональный счетчик, рекомендуется выбирать окошко для альфа-излучения таким образом, чтобы перекрестные помехи бета-альфа излучений приближались к нулю.

Если используются поточные газовые пропорциональные счетчики без окошек, следует проводить регулярный контроль на присутствие возможного загрязнения счетной системы посредством счета холостых образцов.

ПРИМЕЧАНИЕ Природа твердого вещества источника, альфа-активность которого должна быть подсчитана, может привести к проблемам загрязнения при работе в вакууме (как в случае SSB) или поточных газовых системах (используемых в пропорциональных счетчиках).

5.2.3 Емкости (выпарительные и измерительные чашки), толщиной как минимум $2,5 \text{ мг} \cdot \text{мм}^{-2}$ ($250 \text{ мг} \cdot \text{см}^{-2}$), из нержавеющей стали; **счетный лоток**.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Диаметр используемой чашки определяется требованиями счетчика, т.е. диаметром детектора и размерами держателя источника.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Источник должен быть равномерно распределенным, поэтому некоторые операторы находят, что легче это сделать на полированной металлической поверхности, тогда как другие предпочитают использовать вытравленные или шероховатые емкости (для этой цели применяются пескоструйная обработка или химическое травление).

5.2.4 Муфельная печь, способная поддерживать температуру $(350 \pm 10) \text{ }^\circ\text{C}$.

6 Процедура

6.1 Отбор проб

Отбор проб, манипулирование и хранение выполняются по ISO 5667-1, ISO 5667-3 и ISO 5667-14.

Фильтрацию проводят непосредственно при сборе и перед окислением, если оно имеет место, в том случае, когда требуется измерение активности фильтрованной пробы воды.

ПРИМЕЧАНИЕ Окисление пробы воды будет минимизировать потерю радиоактивного материала из раствора посредством адсорбции. Если оно выполняется перед фильтрацией, раствор будет десорбировать радиоактивный материал, уже адсорбированный на твердое вещество.

6.2 Предварительная обработка

Определение полного содержания твердого вещества в воде выполняется для определения наименьшего объема воды, необходимого для измерения. Делая обязательное допущение на изменение состава, обусловленное прокаливанием при $350 \text{ }^\circ\text{C}$ и сульфатированием остатка, вычисляют объем пробы, требуемый для получения массы сухого остатка, слегка превышающей R , по выражению:

$$R = \frac{m_r}{S} \geq 0,1 \quad (1)$$

Это выражение используется как руководство для определения объема пробы, требуемого для стадии концентрирования, которая следует далее.

Анализ следует выполнять в области, где радиоактивные индикаторы не используются.

6.3 Стадия концентрирования

Помещают в стакан измеренный объем, V , в литрах, ($\pm 1 \%$) пробы, выбранный таким образом, чтобы после выпаривания значение для R было выше 0,1.

При использовании очень мягкой воды возможно, что объем, требуемый для получения $R > 0,1$, будет нереально большим. В таких случаях следует использовать по возможности наибольший объем или добавлять соли кальция.

Тщательно выпаривают раствор на электрической плитке, пока объем не уменьшится до 50 мл, и оставляют остывать.

Переносят концентрированный раствор в предварительно взвешенную кварцевую (или глазурованную фарфоровую) чашку, которая была прокалена при 350 °С. Тщательно промывают стакан минимальным количеством дистиллированной воды и переносят смывку в чашку.

ПРИМЕЧАНИЕ Если стакан большой, может быть удобнее переносить смывку в меньший стакан. Затем смывку можно концентрировать до меньшего объема для облегчения переноса в кварцевую чашку.

6.4 Стадия сульфатирования

Когда смывка в чашке полностью охладится, добавляют 1 мл ($\pm 20\%$) серной кислоты (5.1.4).

Некоторая вода может при высушивании и прокаливании давать остаток, который не подходит для измерения радиоактивности, потому что является гигроскопичным или трудным для диспергирования. Этот процесс сульфатирования является подходящей обработкой для многих таких проб. Выбранный объем серной кислоты (5.1.4) обеспечивает сульфатирование около 1,8 мг карбоната кальция. Для учета избытка кислоты следует выбирать такой первоначальный объем пробы, чтобы полное содержание сухого вещества не превышало 1 г (опыт с некоторыми водами может показать, что этот этап будет не нужен).

Тщательно выпаривают содержимое чашки до сухости.

Не допуская разбрызгивания, чашку еще нагревают (под инфракрасной лампой) и продолжают нагрев до тех пор, пока не начнут выделяться пары серной кислоты. Затем помещают чашки на электрическую плитку и продолжают нагрев до прекращения выделения паров.

6.5 Стадия прокаливания

Переносят чашку с содержимым в муфельную печь (5.2.4), прокаливают в течение 1 ч при температуре (350 ± 10) °С и оставляют остывать в эксикаторе. Отмечают время и дату удаления из печи.

Взвешивают чашку с остатком и по разности получают массу, m , в миллиграммах, прокаленного остатка.

6.6 Приготовление источника

Взвешивают золу в чашке, чтобы получить значение для R выше 0,1. Если зола не мелкая, её измельчают пестиком или ступкой.

Если объем, V , используемый в 6.3, дает для R значение меньше 0,1, переносят как можно больше остатка в измерительную чашку.

Так как на эффективность счета альфа-частиц сильно влияет толщина источника (см. Ссылку [2]), то отсюда следует, что нужно или использовать эталонные источники с одинаковой массовой нагрузкой, m_f , для калибровки системы детектирования или повторять процедуру с добавлением солей кальция к пробе воды, чтобы получить такую же массовую нагрузку, как калибровочный эталон.

Равномерно распределяют остаток по дну измерительной чашки, добавляя несколько капель летучего органического растворителя для разжижения (5.1.5), и оставляют сохнуть до постоянной массы. Отмечают время и дату приготовления источника и проверяют, чтобы не было потери остатка.

Так как на эффективность счета альфа-частиц сильно влияет толщина источника, важно, чтобы были приготовлены равномерно распределенные источники. Можно добавлять к растворителю поливинилацетат (PVA) (5.1.6) [например, 1 г PVA растворяют в 100 мл (+5 %) растворителя] для обеспечения лучшего связывания источника во время выпаривания.