
Качество воды. Измерение суммарной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов в пресной воде. Метод тонкого остатка в качестве источника

Water quality. Measurement of gross alpha and gross beta activity in none-saline water. Thin source deposit method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10704:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>



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 смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, 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 Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF 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, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10704:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не задано иначе, 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 офиса ISO по адресу, указанному ниже, или членом ISO в стране регистрации пребывания.

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 Символы, определения и единицы измерения.....	2
4 Принцип	3
5 Химические реагенты и оборудование	3
6 Отбор проб.....	5
7 Методика	5
8 Выражение результатов	9
9 Контроль мешающего воздействия.....	13
10 Протокол испытания.....	13
Библиография.....	15

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10704:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>

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. Что касается стандартизации в области электротехники, то ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами Директив ISO/IEC, Часть 2.

Основной задачей технических комитетов является подготовка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 10704 подготовил Технический комитет ISO/TC 147, *Качество воды*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10704:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7-d5acd398bf3f/iso-10704-2009>

Качество воды. Измерение суммарной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов в пресной воде. Метод тонкого остатка в качестве источника

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователям настоящего международного стандарта следует ознакомиться с нормальной лабораторной практикой. Настоящий международный стандарт не претендует на обращение ко всем проблемам безопасности, связанным с его использованием. Пользователь берет на себя ответственность за учреждение подходящей практики обеспечения безопасности и охраны труда, а также гарантии соответствия с любыми национальными законодательными условиями.

ВАЖНО — Абсолютно важно знать, что испытания, проводимые согласно настоящему международному стандарту, должны выполняться соответственно подготовленным персоналом.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт задает метод выполнения измерений суммарной активности альфа- и бета – излучающих радионуклидов в пресных водах.

Этот метод применяется к сырым и кипяченым водам, содержащим небольшое количество растворенного вещества. После адаптации, он может быть применен к другим видам вод.

Диапазон применения зависит от количества растворенного материала в воде и от рабочих характеристик измерительной аппаратуры (фоновая скорость счета и эффективность счета)

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы являются обязательными для применения настоящего документа. Для устаревших ссылок применяется только цитируемое издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание ссылочного документа (включая поправки).

ISO 3696, *Вода для аналитического лабораторного использования. Технические требования и методы испытания*

ISO 5667-1, *Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по разработке программ и технических приемов отбора проб*

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

ISO/IEC 17025, *Общие требования для компетентности испытательных и поверочных лабораторий*

ISO 80000-10, *Величины и единицы измерения. Часть 10. Атомная и ядерная физика*

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Неопределенность измерения. Часть 3. Руководства для выражения неопределенности в измерении (GUM:1995)*

3 Символы, определения и единицы измерения

В настоящем документе применяются символы, определения и сокращения, данные в ISO 80000-10, а также следующие.

A	активность контрольной пробы для градуировки радиометра	Bq
A_a	активность пиковая в пробе а, приготовленной для оценки самопоглощения	Bq
c_A	концентрация активности	Bq l ⁻¹
c_A^*	порог принятия решения	Bq l ⁻¹
$c_A^\#$	пороговая чувствительность	Bq l ⁻¹
$c_A^<, c_A^>$	нижний и верхний пределы доверительного интервала	Bq l ⁻¹
$f_{a\alpha} f_{a\beta}$	коэффициент самопоглощения пробы а для α - и β - частиц соответственно	—
m_d	масса остатка	mg
m_p	масса планшета	mg
m_{pd}	масса планшета и остатка	mg
m_{pf}	масса планшета и фильтра	mg
m_{pfd}	масса планшета, фильтра и остатка	mg
$r_{0\alpha} r_{0\beta}$	фоновая скорость счета из α и β окон соответственно	s ⁻¹
$r_{a\alpha} r_{a\beta}$	скорость счета самопоглощения пробы а из α и β окон соответственно	s ⁻¹
$r_{g\alpha} r_{g\beta}$	суммарная скорость счета пробы а из α и β окон соответственно	s ⁻¹
$r_{s\alpha} r_{s\beta}$	скорость счета из α и β окон соответственно, используемая для поверки	s ⁻¹
t_0	фоновое время счета	s
t_g	sample counting time	s
t_s	поверочное время счета	s
U	расширенная неопределенность, вычисленная по $U = k \cdot u(c_A)$ при $k = 1, 2, \dots$	Bq l ⁻¹
$u(c_A)$	среднеквадратическая погрешность, связанная с результатом измерения	Bq l ⁻¹
V	объем пробы	l
$\varepsilon_\alpha, \varepsilon_\beta$	эффективность счета α -и β - частиц соответственно	—
$\varepsilon_{a\alpha}, \varepsilon_{a\beta}$	эффективность счета в пробе а для α - и β - частиц соответственно	—
χ	альфа-бета перекрестные помехи	—

4 Принцип

ВАЖНО — Измерения суммарной активности альфа – и бета – излучающих радионуклидов не являются абсолютными для определения содержания в пробе воды радиоактивных веществ по испусканию радиоактивными ядрами α - и β - частиц. Они являются относительными определениями, ссылаясь на специальные эмиттеры α - и β - частиц, которые составляют эталонные контрольные источники.

Чтобы получить тонкий остаток непосредственно на планшете (рабочей площадке детектора), проба может быть подвергнута постепенному испарению досуха при температуре ниже 85 °С. Альтернативно, для определения активности альфа – излучающих радионуклидов проба может быть доведена до определенной концентрации через соосаждение, которое после фильтрования измеряется на планшете как источник α - частиц (ссылка [3]). Суммарная активность альфа – и бета – излучающих радионуклидов в остатке измеряется путем счета в детекторе α - и β - частиц или с помощью какой-либо системы счета, предварительно отградуированной с помощью эталонов, излучающих α - и β - частицы.

Когда взвешенное вещество присутствует в значительном количестве, то требуется этап фильтрации и суммарная активность альфа – и бета – излучающих радионуклидов может быть установлена для материала, удержанного на фильтре.

ВАЖНО — Вследствие встраивания внутрь дочерных изотопов радона, которое происходит с течением времени, результаты зависят от периода между приготовлением пробы и измерением. Для сравнения рекомендуется проводить измерения в одно и то же время после приготовления пробы.

5 Химические реагенты и оборудование

5.1 Реагенты

Все реагенты должны быть признанного аналитического качества и не должны содержать какой-либо активности альфа – и бета – излучающих радионуклидов, за исключением радиоактивных эталонных растворов.

5.1.1 Эталонные растворы

5.1.1.1 Эталон альфа – излучающих радионуклидов

Выбор эталонного источника альфа – излучения зависит от знания типа радиоактивного загрязнения, которое вероятно присутствует в проверяемых водах. В общем случае это приводит к выбору между излучателями долгоживущих природных и искусственных радионуклидов, излучающих α - частицы.

Общепринятыми эталонами искусственных альфа – излучающих радионуклидов, используемых для проверки качества воды, являются растворы америция ^{241}Am и плутония ^{239}Pu . Когда используется изотоп ^{239}Pu , то присутствие изотопа ^{241}Pu в качестве примеси должно быть принято во внимание, так как это ведет к росту изотопа ^{241}Am в приготовленных растворах – источниках. Когда используется америций ^{241}Am , то необходимо учитывать потенциальные помехи со стороны его гамма – излучения.

ПРИМЕЧАНИЕ Урановая смесь сертифицированного природного или известного изотопного состава имеет одно спорное преимущество. Оно заключается в том, что ее специфическая активность может быть вычислена по установленным физическим константам и периоду относительного изотопного состава, которые являются независимыми от поверочных методик конкретной организации. Однако трудно получить урановую смесь известного изотопного состава. Более того, так как энергии альфа – излучения от изотопов урана меньше энергий от искусственных трансурановых нуклидов, то использование уранового эталона имеет тенденцию к получению результата для трансурановых элементов.

5.1.1.2 Эталон бета – излучающих радионуклидов

Выбор эталона бета – излучающих радионуклидов зависит от знания типа радиоактивного загрязнения, которое вероятно присутствует в проверяемых водах.

В качестве природного материала долгоживущих радионуклидов можно использовать изотоп ^{40}K хлористого калия, высушенного до постоянной массы при температуре 105 °С. Широко используются также эталонные растворы изотопа $^{90}\text{Sr}^{90}\text{Y}$ для получения искусственных бета – излучающих радионуклидов

5.1.2 Смачивающие или поверхностно-активные агенты

5.1.2.1 Винацетат

5.1.3 Летучий органический растворитель

5.1.3.1 Этиловый спирт

5.1.4 Вода, соответствующая требованиям ISO 3696, класс 3.

5.1.5 Специальные реагенты для соосаждения альфа – излучающих радионуклидов

5.1.5.1 Раствор гидроксида аммония, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 6$ моль/л

5.1.5.2 Азотная кислота, концентрированная, $c(\text{HNO}_3) = 15,8$ моль/л.

5.1.5.3 Раствор серной кислоты, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/л.

5.1.5.4 Носитель железа, раствор 5 миллиграмм железа в миллилитре.

5.1.5.5 Носитель бария, раствор 5 миллиграмм бария в миллилитре.

5.2 Оборудование

5.2.1 Лабораторное оборудование для прямого упаривания

Обычная лабораторная аппаратура для хранения и приготовления пробы, как задано в ISO 5667-3.

Плитка, автоматический испаритель или другое подходящее устройство.

5.2.2 Специальное оборудование для соосаждения альфа – излучающих радионуклидов

5.2.2.1 Плитка с мешалкой

5.2.2.2 Лампа инфракрасного излучения

5.2.2.3 Система вакуумной фильтрации

5.2.2.4 Фильтры с порами размером 0,45 мкм.

5.2.3 Планшет (тарелки счета)

Планшет должен быть с носиком и из нержавеющей стали. Диаметр планшета определяется с учетом диаметра детектора и размеров держателя источника радионуклидов в используемом счетчике α - и β - частиц. В особом случае соосаждения используется кольцеобразная опора для крепления фильтра к его держателю на планшете.

ПРИМЕЧАНИЕ Так как источник, рабочая часть пробы и эталон размазываются непосредственно на планшете для выпаривания, то легко создать ровный остаток на шероховатой металлической поверхности. Для этой цели может быть использована пескоструйная обработка или химическое травление. Альтернативно, можно использовать рифленый планшет.

5.2.4 Измерительная аппаратура: счетчик α - и - β частиц

Суммарная альфа - и суммарная бета - активность может быть измерена с использованием детектора SSB (с кремниевым поверхностным барьером) или пропорционального счетчика (без окон). Могут быть также использованы имплантированные ионами кремниевые детекторы и тонкие ($< 100 \text{ мкг см}^2$) пропорциональные счетчики с окнами. Суммарную альфа - и суммарную бета - активность можно подсчитать, используя сцинтилляционный экран из сульфида цинка, активированного серебром, и пластмассовый сцинтилляционный детектор соответственно.

6 Отбор проб

Берите пробы воды, обращайтесь с ними и храните их в соответствии с ISO 5667-1 и ISO 5667-3.

Лабораторная проба обычно не подкисляется, так как рабочая часть непосредственно выпаривается на планшете. Подкисление минимизирует потерю радиоактивного материала из раствора путем абсорбции на стенке пробирки, но делается после фильтрации, так как иначе происходит десорбция уже поглощенного радиоактивного материала на твердых частицах. Подкисление увеличивает содержание соли испытываемой пробы, а, следовательно, толщину остатка. Если необходимо, то может быть использована концентрированная азотная кислота (рекомендуется, чтобы не применять соляную кислоту).

7 Методика

7.1 Предварительное действие ISO 10704:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3430d054-7728-4163-90e7->

Вычислите объем лабораторной пробы для измерения суммарной альфа – активности, т.е. объем рабочей части, чтобы получить на планшете остаток с поверхностной плотностью меньше 5 мг см^{-2} (ссылки [6] и [7]). Для остатка с поверхностной плотностью меньше 5 мг см^{-2} , явлением самопоглощения можно пренебречь при измерении активности бета – излучающих радионуклидов.

При использовании одного и того же остатка для измерения активности альфа – и бета – излучающих радионуклидов применяется предел поверхностной плотности планшета для определений альфа - активности.

7.2 Приготовление источника

7.2.1 Подготовка планшета

Очистите планшеты (5.2.3), используя растворитель или поверхностно-активное вещество, для гарантии, что рабочая часть пробы будет хорошо распределена по всей поверхности и соответственно получится остаток равномерной поверхностной плотности, прилипший к планшетам. Некоторые поставщики чистят планшеты в конце цикла изготовления или предоставляют, по требованию, сертификат аттестации.

Держите планшеты, которые не планируются к немедленному применению, в сушильном шкафу, чтобы предотвратить какое-либо изменение за счет влияния окружающей атмосферы в лаборатории.

Взвесьте планшеты перед использованием и запишите массу, m_p . Если используется метод сосаждения, то перед использованием взвесьте фильтр (5.2.2.4) с планшетом и запишите массу, m_{pf} .

Не допускайте повторного использования планшетов, чтобы свести к минимуму перекрестное загрязнение. Если планшет используется снова, то необходимо показать его чистоту от загрязнения.

7.2.2 Выпаривание

Перенесите рабочую часть пробы на планшет, используя автоматическое или неавтоматическое средство с известной неопределенностью (пипетка, система распределения воды), и осторожно выпаривайте до сухости.

Осажденный остаток образует тонкий слой равномерной поверхностной плотности, чтобы предотвратить явление самопоглощения и обеспечить подобие с геометрией контрольного источника.

После охлаждения планшетов до температуры окружающей среды взвесьте их и запишите массу m_{pd} . Осажденная масса, m_d , дается Уравнением (1):

$$m_d = m_{pd} - m_p \quad (1)$$

Чтобы минимизировать потери от разбрызгивания, поддерживайте температуру около 85 °C по всей поверхности планшета, не допуская перегрева каких-либо участков.

До выпаривания рабочей части пробы до сухости на планшете, можно осуществить предварительное выпаривание с помощью подходящего оборудования (5.2.1).

Гомогенный остаток лучше всего получается на планшетах, очищенных методом травления или пескоструйной обработки. Если остаток размазывается негомогенно, то добавьте смачивающий агент или поверхностно-активное вещество (5.1.2).

7.2.3 Соосаждение

Рекомендованный рабочий объем – 500 мл.

Если надо анализировать часть пробы меньшего объема, то добавьте воды, чтобы получить 500 мл.

Если надо анализировать часть пробы большего объема, то увеличивайте концентрацию за счет выпаривания (5.2.1) до 500 мл.

Откорректируйте водородный показатель pH рабочего объема до величины $7,0 \pm 0,5$.

Добавьте 20 мл серной кислоты (5.1.5.3) и кипятите 5 минут на плитке с мешалкой (5.2.2.1).

При температуре приблизительно 50 °C добавьте 1 мл раствора – носителя бария (5.1.5.5) и мешайте 30 мин.

Сульфат бария осаждается.

Затем добавьте 1 мл раствора – носителя железа (5.1.5.4).

Откорректируйте водородный показатель pH с помощью гидроксида аммония (5.1.5.1) капля за каплей до тех пор, пока не начнется осаждение гидроксида железа (III).

Продолжайте помешивать в течение 30 мин.

Фильтруйте (5.2.2.4) соосаждение.

Поставьте фильтр на определенный планшет и прикрепите его к кольцевой опоре во избежание деформации в процессе сушки.

Сушите до умеренной температуры.

После охлаждения планшета и фильтра до температуры окружающей среды, взвесьте и запишите их массу, m_{pfd} . Определите осажденную массу, m_d , используя Уравнение (2):

$$m_d = m_{pfd} - m_{pf} \quad (2)$$

ПРИМЕЧАНИЕ Радий, полоний и актиниды сосаждаются количественно с сульфатом бария или гидроксидом железа (III) (ссылка [2]).

7.3 Этап счета

Вслед за выпариванием (7.2.2) или сосаждением (7.2.3) держите планшет с остатком в сушильном шкафу до начала измерения.

Измерение активности осадка на планшете выполняется путем счета в течение подходящей длительности, чтобы получить необходимые характеристические пределы и скорости счета, зависящие от рабочей части пробы и от фоновой скорости счета.

Вследствие вращаения внутрь дочерных изотопов радона проводите измерение как можно скорее. Для сравнения рекомендуется проводить измерения в одно и то же время после приготовления пробы. Чтобы проверить вращаение дочерных изотопов радия, методики счета следует повторять в течение периода один месяц.

ПРИМЕЧАНИЕ Повторный счет за период один месяц может выявить вращаение дочерных радионуклидов от изотопов радия. Интерпретация таких данных может быть сложной из-за присутствия урана и/или радионуклидов группы тория. На уровнях нормальной окружающей среды эти явления проявляются редко, в частности при длительном времени счета. Однако за период длительностью один месяц источники из сырой воды, которые в природе имеют высокое содержание изотопа ^{226}Ra , могут показать вращаение дочерных изотопов радона в 4 раза больше по сравнению с первоначальным счетом.

7.4 Определение фоновой и холостой активности

Измерьте фоновую активность, используя чистый планшет (5.2.3), в условиях, представительных для определенного метода измерений. Повторный счет подтверждает стабильность фонового уровня.

Если используются реагенты, то измерьте холостую активность, используя чистый планшет и реагенты в условиях, представительных для определенного метода измерений. Повторный счет подтверждает стабильность холостого уровня.

7.5 Приготовление эталона счета для градуировки

Приготовьте контрольный источник [планшет (5.2.3) или фильтр с (5.2.2.4) с осадком и кольцевым креплением к планшету], который по геометрии и матрице близко повторяет методику, применяемую к рабочим частям анализируемой пробы, чтобы получить тот же самый ретро диффузионный эффект.

Добавьте точно известное количество (около 5 Bq – 10 Bq) эталонного раствора (5.1.1.1) к начальному объему воды и применяйте одну и ту же методику приготовления источника или непосредственно добавьте эталонный раствор на планшет.

Эти стандартные источники измеряются в детекторе при длительности счета, которая дает погрешность счета 1 % (следует зарегистрировать больше 10 000 показаний счетчика).