

---

---

**Качество воды. Измерение  
концентрации активности полония 210  
в воде методом альфа-спектрометрии**

*Water quality — Measurement of polonium 210 activity concentration in  
water by alpha spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 13161:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 13161:2011(R)

**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 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 13161:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2011

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, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Введение .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины, определения, обозначения и единицы.....	2
3.1 Термины и определения .....	2
3.2 Условные обозначения, определения и единицы .....	2
4 Принцип .....	3
4.1 Общие положения .....	3
4.2 Обработка .....	3
4.3 Принцип альфа-спектрометрии.....	3
5 Реактивы и оборудование .....	4
5.1 Реактивы .....	4
5.2 Препараты и обработка.....	4
5.3 Альфа-спектрометрическое измерительное оборудование .....	5
6 Отбор проб и образцы.....	5
7 Химическая обработка и процесс осаждения.....	5
7.1 Общие положения .....	5
7.2 Химическая обработка .....	6
7.3 Очистка диска.....	6
7.4 Фаза осаждения .....	6
8 Измерение методом альфа-спектрометрии .....	7
8.1 Общие положения .....	7
8.2 Контроль качества .....	7
8.3 Измерение .....	8
9 Выражение результатов .....	8
9.1 Общие положения .....	8
9.2 Полный выход .....	9
9.3 Концентрации активности $^{210}\text{Po}$ в пробе .....	9
9.4 Суммарные неопределенности .....	9
9.5 Порог принятия решения .....	10
9.6 Предел обнаружения .....	10
9.7 Доверительные пределы.....	11
10 Протокол испытания.....	11
Приложение А (информативное) Примеры осаждения в камере .....	13
Приложение В (информативное) Примеры спектров .....	15
Библиография.....	17

## 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, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

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 то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав.

ISO 13161 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 3, *Радиологические методы*.

[ISO 13161:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af59a693-29bd-4c0e-8476-6398d92c2b98/iso-13161-2011>

## Введение

Существует несколько методов для измерения концентрации активности  $^{210}\text{Po}$  в воде: альфа-спектрометрия, измерение с использованием сцинтилляционного счетчика, пропорциональный счет альфа-частиц.

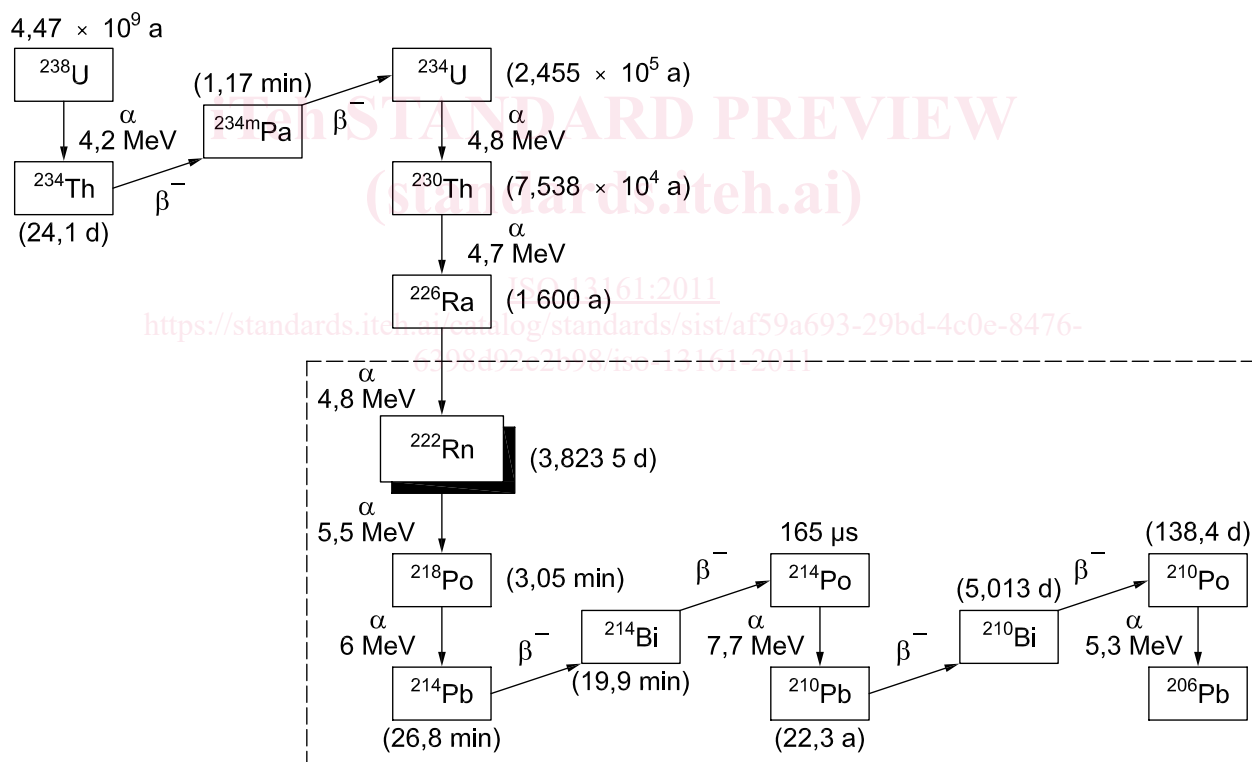
В настоящем международном стандарте описывается метод измерения концентрации активности  $^{210}\text{Po}$  в природной воде методом альфа-спектрометрии.

Полоний 210 ( $^{210}\text{Po}$ ) является природным альфа-излучающим радионуклидом с периодом полураспада 138 дней. Он возникает в природной цепочке урана  $^{238}\text{U}$  (см. Рисунок 1). Является долгоживущим продуктом распада радона  $^{222}\text{Rn}$  через свинец 210 ( $^{210}\text{Pb}$ ) (см. Ссылки [5] до [9]).

При работе с такими радиоактивными материалами, как изотопы полония, необходимы меры предосторожности.

Диапазоны концентрации  $^{210}\text{Po}$ , например, в питьевой воде, вообще очень низкие, обычно в диапазоне от  $1 \text{ мБк л}^{-1}$  до  $30 \text{ мБк л}^{-1}$ .

Этот международный стандарт распространяется на все типы воды, включая морскую воду, и обычно допускает измерение концентраций активности  $^{210}\text{Po}$ , которые равны  $5 \text{ мБк л}^{-1}$  или более.



ПРИМЕЧАНИЕ  $^{206}\text{Pb}$  устойчив.

Рисунок 1 — Уран 238 и продукты его распада



# Качество воды. Измерение концентрации активности полония $^{210}\text{Po}$ в воде методом альфа-спектрометрии

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Лица, использующие этот международный стандарт, должны быть знакомы с нормальной лабораторной практикой. В настоящем международном стандарте не предусматривается рассмотрение всех проблем безопасности, если таковые имеются, связанных с его использованием. Пользователь сам должен установить надлежащие нормативы по технике безопасности и защите здоровья и обеспечить их соответствие условиям национального регулирования.

**ВАЖНО** — Абсолютно необходимо, чтобы испытания согласно этому международному стандарту проводились соответственно обученным персоналом.

## 1 Область применения

В настоящем международном стандарте устанавливается измерение концентрации активности  $^{210}\text{Po}$  методом альфа-спектрометрии во всех видах природной воды.

Предел обнаружения этого метода зависит от объема пробы, фоновой скорости счета и эффективности обнаружения. В случае питьевой воды анализ обычно проводят на сырой пробе без фильтрации или другой предварительной обработки.

Если нужно удалить или анализировать суспендированное вещество, рекомендуется фильтрование при 0,45 мкм. Для анализа нерастворимой фракции требуется этап минерализации, который не рассматривается в этом международном стандарте (см. NF M 60-790-4<sup>[4]</sup>). В этом случае измерение проводят на различных полученных фазах. Окончательная активность представляет сумму всех измеренных концентраций активности.

## 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 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания*

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

ISO 5667-3, *Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по хранению и обращению с пробами воды*

ISO 11929, *Определение предельных характеристик (порога принятия решения, предела обнаружения и пределов доверительного интервала) для измерений ионизирующего излучения. Основы и применение*

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

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

ISO/IEC Guide 98-3, *Неопределенность измерений. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерений (GUM:1995)*

### 3 Термины, определения, обозначения и единицы

Применительно к этому документу используются термины, определения, обозначения и сокращения, данные в ISO 80000-10 и приведенные ниже.

#### 3.1 Термины и определения

##### 3.1.1

**сертифицированный стандартный раствор**  
**certified reference solution**

раствор известной концентрации, прослеживаемый до стандартных растворов, применяемых в качестве первичных или вторичных сертифицированных стандартных образцов радиоактивности

##### 3.1.2

**раствор изотопного индикатора**  
**tracer solution**

обычно вторичный эталон или стандартный образец, такой как  $^{208}\text{Po}$  или  $^{209}\text{Po}$ , применяемый для измерения химического выхода анализа

##### 3.1.3

**эталон для контроля качества**  
**quality control standard**

радиоактивный источник, используемый для подтверждения того, что применяемое измерительное оборудование работает в установленных пределах

ПРИМЕЧАНИЕ Контроль качества обычно проводят посредством регулярного измерения подходящего радиоактивного источника согласно ISO 7870-1<sup>[1]</sup>, ISO 7870-2<sup>[2]</sup> и ISO 7871<sup>[3]</sup>.

#### 3.2 Условные обозначения, определения и единицы

$A$	активность добавленного изотопного индикатора	Бк
$c_A$	концентрация активности $^{210}\text{Po}$	Бк $\Gamma^{-1}$
$c_A^*$	порог принятия решения	Бк $\Gamma^{-1}$
$c_A^\#$	предел обнаружения	Бк $\Gamma^{-1}$
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	нижний и верхний пределы доверительного интервала	Бк $\Gamma^{-1}$
$R_c$	химический выход	1
$R_T$	полный выход	1
$r_0$	фоновая скорость счета в рассматриваемой области $^{210}\text{Po}$	$\text{с}^{-1}$
$r_{0T}$	фоновая скорость счета в рассматриваемой области изотопного индикатора	$\text{с}^{-1}$
$r_g$	полная скорость счета от образца в области $^{210}\text{Po}$ , представляющей интерес	$\text{с}^{-1}$
$r_T$	полная скорость счета в рассматриваемой области изотопного индикатора	$\text{с}^{-1}$



$t_0$	время фонового счета	с
$t_g$	время счета от образца	с
$U$	расширенная неопределенность, вычисленная посредством $U = k \cdot u(c_A)$ , где $k = 1, 2 \dots$	Бк $\Gamma^{-1}$
$u(c_A)$	стандартная неопределенность, связанная с первоначальным результатом измерения	Бк $\Gamma^{-1}$
$V$	объем аликвоты пробы для испытания	лl
$\varepsilon$	эффективность счета	1

## 4 Принцип

### 4.1 Общие положения

После отбора проб образец для испытания подвергают обработке, в результате которой получается очень тонкий осадок полония на металлическом диске для измерения методом альфа-спектрометрии.

$^{210}\text{Po}$  имеет период полураспада 138,376 дней  $\pm 0,002$  дней (см. Ссылку [11]).

Образец анализируют по возможности сразу же, чтобы получить концентрацию активности на момент отбора пробы. Если между отбором проб и измерением проходит длительное время, то для измеренной концентрации активности потребуется поправка, и тогда необходимо знать концентрации активности  $^{210}\text{Pb}$  и  $^{210}\text{Bi}$  в образце, чтобы отрегулировать концентрацию активности  $^{210}\text{Po}$  на момент отбора пробы.

### 4.2 Обработка

Основные шаги обработки пробы:

- фильтрование, если необходимо;
- окисление концентрированной соляной кислотой или азотной кислотой и добавление раствора изотопного индикатора полония ( $^{208}\text{Po}$  или  $^{209}\text{Po}$ );

**ПРИМЕЧАНИЕ** Изотопы полония  $^{208}\text{Po}$  (альфа-излучение 5,11 MeV) или  $^{209}\text{Po}$  (альфа-излучение 4,88 MeV) могут быть использованы как индикаторы, поскольку помеха от  $^{210}\text{Po}$  (альфа-излучение 5,31 MeV) минимальна для источников, показывающих хорошее разрешение (FWHM - полная ширина на полувысоте  $< 50$  кэВ);  $^{209}\text{Po}$  предпочтителен, но и  $^{208}\text{Po}$  приемлем.

- добавление восстановителя (например, аскорбиновой кислоты);
- спонтанное осаждение тонкого слоя на металлический диск.

Измерение концентрации активности, так же как и определение полного выхода проводят методом альфа-спектрометрии.

### 4.3 Принцип альфа-спектрометрии

Тонкий слой, осажденный на металлическом диске, делает возможным обнаружение альфа-частиц. В результате взаимодействия альфа-частиц с детектором происходит изменение (смещение) тока, которое пропорционально энергии частиц.

Электронные импульсы, генерируемые детектором, усиливают и индицируют в виде энергетического спектра, используя аналого-цифрового преобразователь, многоканальный анализатор и компьютерную обработку. Отображение спектра на дисплее делает возможным идентификацию радионуклидов, присутствующих в источнике, а суммирование подсчетов импульсов позволяет определить концентрацию активности испытательного образца с учетом фоновой скорости счета и/или холостого испытания и полного выхода.

Холостое испытание следует проводить с такими же реактивами, заменяя пробу воды водой, соответствующей классу 3 в ISO 3696, ранее используемой для приготовления реактивов без индикаторов.

Для обеспечения приемлемых характеристик детекторной системы должен быть измерен эталон, применяемый для контроля качества.

Химический выход измерения  $^{210}\text{Po}$  определяют путем добавления радиоактивного изотопного индикатора. Полный выход является продуктом химического выхода и эффективности детектирования.

## 5 Реактивы и оборудование

### 5.1 Реактивы

Во время химической обработки и очистки металлического диска используют реактивы только признанной аналитической чистоты. Следует использовать только те реактивы, которые не имеют измеримой концентрации  $^{210}\text{Po}$ .

**5.1.1 Вода**, соответствующая ISO 3696, класс 3.

**5.1.2 Раствор изотопного индикатора.**

Используют раствор индикатора известной активности  $^{208}\text{Po}$  ( $T_{1/2} = 1\,058,5\text{ d} \pm 0,7\text{ d}$ ) или  $^{209}\text{Po}$  ( $T_{1/2} = 37\,300\text{ d} \pm 1\,800\text{ d}$ ); пучок корректируется до концентрации активности  $^{210}\text{Po}$ , ожидаемой в испытательном образце (Ссылки [12][13]).

При использовании  $^{208}\text{Po}$  его распад учитывается согласно информации, указанной в калибровочном сертификате.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Период полураспада  $^{209}\text{Po}$  и соответствующая неопределенность, которая обычно используется, недавно были подвергнуты исследованию, и для неопределенности было предложено значение  $\pm 25\%$  вместо  $4,8\%$  (Ссылка [14]).

**5.1.3 Концентрированная соляная кислота**, массовая доля  $37\%$ , или **концентрированная азотная кислота**.

**5.1.4 Разбавленная соляная кислота** или **разбавленная азотная кислота**, для регулирования pH в начале обработки.

**5.1.5 Аскорбиновая кислота** или **хлористоводородный гидроксилламин**.

**5.1.6 Этанол**.

### 5.2 Препараты и обработка

Препарат должен быть подходящим для используемого рабочего метода (Раздел 7).

**5.2.1 Стандартное лабораторное оборудование**, включая, нагревательную плиту, pH-метр или лакмусовую бумагу для измерения pH.

**5.2.2 Аналитическая прецизионная шкала.**

**5.2.3 Мешалка.**

**5.2.4 Оборудование для получения тонкого слоя осадка.**

**5.2.5 Металлический диск** из металла, который делает возможным восстановительное осаждение полония (например, нержавеющая сталь [тип 304L], серебро, никель или другой металл, демонстрирующий это свойство).

### **5.3 Альфа-спектрометрическое измерительное оборудование**

Счет импульсов в альфа-спектрометрии можно проводить, используя или ионизационные камеры с сеткой или тонкие полупроводниковые детекторы.

Существенным является индикатор спектра.

## **6 Отбор проб и образцы**

Важно, чтобы лаборатория получала пробы для испытания по возможности быстро.

Отбор проб, транспортировку и хранение проводят согласно ISO 5667-1 и ISO 5667-3.

## **7 Химическая обработка и процесс осаждения**

### **7.1 Общие положения**

Проба для испытания может быть разного объема; обычная величина между 150 мл и 2 000 мл.

При необходимости пробу для испытания фильтруют с помощью фильтра пористостью 0,45 мкм (рекомендуется использование одноразового фильтровального устройства).

Фильтрат окисляют предпочтительно соляной кислотой (5.1.4) для гарантии, что pH испытательного образца ниже 1,5.

Следует применять все разумные меры предосторожности во время транспортировки и хранения испытательных образцов для избежания загрязнения или разрушения.

Должна проводиться проверка, подтверждаемая документально, что любые загрязнения реактивов и остаточные загрязнения в аналитическом оборудовании ниже предела обнаружения для анализа (холостой анализ).

Анализ должен проводиться под вытяжным колпаком.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Если используются большие пробы или проводится специальное исследование, может понадобиться предварительное обогащение перед первым этапом химической обработки, например можно проводить совместное осаждение  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , добавляющее  $\text{Fe}^{3+}$ . При использовании совместного осаждения объем анализируемой пробы увеличивается, и предел обнаружения уменьшается в такой же пропорции.