
**Качество воды. Определение
активности углерода 14. Метод
жидкостного сцинтилляционного счета**

*Water quality — Determination of carbon 14 activity — Liquid
scintillation counting method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13162:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>

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



Ссылочный номер
ISO 13162:2011(R)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13162:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>



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

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Условные обозначения, определения, единицы и сокращения	2
4 Сущность метода.....	2
5 Реактивы и оборудование	3
5.1 Реактивы	3
5.2 Оборудование	4
6 Отбор проб и обращение с пробами	5
6.1 Отбор проб.....	5
6.2 Хранение проб.....	5
7 Процедура	6
7.1 Приготовление проб	6
7.2 Приготовление источников для измерения	6
7.3 Процедура счета	6
7.4 Калибровка и верификация.....	6
7.5 Условия измерения	7
8 Выражение результатов	7
8.1 Общее.....	7
8.2 Вычисление концентрации активности	8
8.3 Порог принятия решения	9
8.4 Предел обнаружения	9
8.5 Доверительные пределы.....	9
8.6 Вычисления, использующие активность относительно массы	10
9 Протокол испытания.....	10
Приложение А (информативное) Численные приложения	11
Приложение В (информативное) Метод с использованием внутреннего эталона	13
Приложение С (информативное) Экстракция полного углерода: счет для осадка.....	15
Приложение D (информативное) Экстракция полного углерода: счет с использованием абсорбции	18
Библиография.....	21

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 13162 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*.

[ISO 13162:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>

Введение

Углерод 14 (^{14}C), присутствующий в окружающей среде, имеет естественное и искусственное происхождение. В результате атмосферных испытаний, излучений из ядерных технологических установок, а также применения и обработки изотопов относительно большие количества ^{14}C выделяются в окружающую среду. Так как ^{14}C составляет значительную часть внутренней дозы, потребляемой человеком, необходим мониторинг концентраций активности ^{14}C в окружающей среде, для того чтобы отследить его циркуляцию в гидросфере и биосфере. ^{14}C является вторым радионуклидом (~3 500 Бк), после ^{40}K (~6 000 Бк), составляющим вклад в естественную радиоактивность человеческого тела.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13162:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2de48d0-6906-4373-ad55-292baaa231e3/iso-13162-2011>

Качество воды. Определение активности углерода 14. Метод жидкостного сцинтилляционного счета

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 определяются условия для измерения концентрации активности ^{14}C в пробах воды окружающей среды или воды, содержащей ^{14}C , методом жидкостного сцинтилляционного счета.

Этот метод распространяется на анализ любых органических молекул, растворимых в воде, которые хорошо смешиваются с коктейлем для сцинтилляционного счета. Он не применяется для мицелл или “крупных” частиц (липиды, фульвовая кислота, гуминовая кислота и др.), которые недостаточно смешиваются со сцинтилляционным коктейлем или с водой. Часть бета-энергии пропадает без какого-либо возбуждения сцинтилляционного коктейля, и результаты получаются недооцененными. Этот метод не распространяется на анализ органически связанного ^{14}C , для определения которого требуется дополнительная химическая обработка (такая как химическая окисление, сжигание).

Можно определять концентрации активности ^{14}C ниже 10^6 Бк г^{-1} без всякого растворения пробы.

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

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

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

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Неопределенность измерений. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерений (GUM:1995)*

3 Условные обозначения, определения, единицы и сокращения

Применительно к настоящему документу используются условные обозначения, определения, единицы и сокращения, определенные в ISO 80000-10, ISO 11929, ISO/IEC Guide 98-3. и нижеследующие.

A	Активность калибровочного источника, в беккерелях
c_A	Концентрация активности, в беккерелях на литр
c_A^*	Порог принятия решения, в беккерелях на литр
$c_A^\#$	Предел обнаружения, в беккерелях на литр
$c_A^{<}, c_A^{>}$	Нижний и верхний пределы доверительного интервала, в беккерелях на литр
f_q	Коэффициент затухания
m	Масса испытательного образца, в килограммах
r_0	Фоновая скорость счета, в обратных секундах
r_g	Скорость счета от образца, в обратных секундах
r_s	Скорость счета от калибровочного образца, в обратных секундах
t_0	Время фонового счета, в секундах
t_g	Время счета от образца, в секундах
t_s	Время счета от калибровочного образца, в секундах
U	Расширенная неопределенность, вычисленная по $U = k u(c_A)$ с $k = 1, 2, \dots$, в беккерелях на литр
$u(c_A)$	Стандартная неопределенность, связанная с результатом измерения, в беккерелях на литр
V	Объем испытательного образца, в литрах
α	Активность относительно массы, в беккерелях на килограмм
β_{\max}	Максимальная энергия для бета-излучения, в килоэлектронвольтах
ε	Эффективность обнаружения
ρ	Массовая плотность пробы, в килограммах на литр

4 Сущность метода

Явление сцинтилляции является результатом взаимодействия ионизирующего излучения с растворителями и веществами, показывающими кратковременное свечение (сцинтилляторы). Растворители и вещества составляют сцинтилляционный коктейль. Сцинтилляционную смесь получают, добавляя сцинтилляционный коктейль к испытательному образцу, чтобы приготовить однородную смесь.

Испытательный образец смешивают со сцинтилляционным коктейлем в измерительной ампуле для получения однородной среды. Электроны, излучаемые радионуклидом ^{14}C , передают свою энергию сцинтилляционной среде. Молекулы, возбужденные этим процессом, возвращаются в свое основное состояние, испуская фотоны, которые детектируются фотодетекторами.

Электрические импульсы, испускаемые фотодетекторами, усиливают, сортируют (чтобы удалить случайные события) и анализируют с помощью электронных систем и программ для анализа данных. На основе скорости счета этих электрических импульсов можно определить активность испытательного образца после поправки на фоновую скорость счета и эффективность обнаружения.

Для того чтобы определить фон, готовят холостой образец таким же способом, как испытательный образец. Для приготовления холостого образца используют эталонную воду с самой низкой имеющейся активностью согласно активностям, которые будут измеряться.

Эффективность обнаружения определяют с помощью калибровочного образца, приготовляемого из эталона водного ^{14}C , или его разбавления эталонной водой, и измеряемого в таких же условиях, как для испытательного образца.

Для образцов (холостого, испытательного, калибровочного) и условий измерения должны использоваться:

- измерительная ампула одного и того же типа;
- одинаковая геометрия наполнения;
- один и тот же сцинтилляционный коктейль;
- одинаковое соотношение между испытательным образцом и сцинтилляционным коктейлем;
- температурная стабильность детекторного прибора;
- значение параметра затухания, включенное в калибровочную кривую.

Необходимым предварительным условием для прямого определения ^{14}C в пробе воды является отсутствие или пренебрежимо малый вклад других бета-излучающих радионуклидов, таких как изотопы ^{90}Sr и Ra. Если содержание радионуклидов в пробе неизвестно, то метод, установленный в этом международном стандарте, дает только эквивалентную активность ^{14}C для образца.

Примеры методов предварительной обработки пробы описаны в Приложениях С и D.

Что касается поправки на затухание, то если на результаты измерения влияет затухание, обусловленное химическими изменениями, рекомендуется строить кривую затухания. Важно выбрать химический тушитель согласно предполагаемому типу затухания, наблюдаемому в данном образце.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Реактивы

Для анализа, если нет других указаний, используются реактивы только признанной аналитической чистоты.

5.1.1 Эталонная вода для холостого испытания

Эталонная вода для холостого испытания должна быть по возможности свободна от химических или радиоактивных примесей.

Эталонная вода может иметь низкую концентрацию активности ^{14}C , в беккерелях на литр, во время t , когда измеряются образцы.

Следует получить воду с максимально низкой концентрацией активности ^{14}C , например (глубинную) подземную воду. Дистиллировать ее. Хранят дистиллят в хорошо герметизированной бутылке из боросиликатного стекла в темноте, при постоянной температуре, насколько это возможно; эта эталонная вода должна находиться в физическом отдалении от любого материала, содержащего ^{14}C (см. следующий абзац). Определяют (см. последний абзац) концентрацию активности ^{14}C ($t = 0$), в беккерелях на литр, этой воды и отмечают дату ($t = 0$) этого определения.

Рекомендуется держать в запасе соответствующее количество эталонной воды и брать оттуда небольшие рабочие объемы для незамедлительного использования, когда потребуется. Загрязнения радионуклидом ^{14}C (например, из CO_2 в воздухе) или другими радиоактивными видами следует избегать.

Для измерения концентраций активности, близких к 1 Бк Г^{-1} , вода с очень низкой концентрацией активности необходима в качестве эталонной воды.

5.1.2 Калибровочный раствор источника

Для того чтобы избежать перекрестного загрязнения, готовят калибровочный раствор источника в подходящем месте, отдаленном от участка, где будут проводиться анализы ^{14}C . Навеску необходимого количества водного эталонного раствора ^{14}C наливают во взвешенную мерную колбу (например, вместимостью 100 мл), так чтобы концентрация активности ^{14}C обеспечивала достаточный подсчет импульсов для достижения требуемой неопределенности измерения после разбавления водой для холостого испытания и тщательного перемешивания. Вычисляют концентрацию активности ^{14}C полученного внутреннего эталонного раствора ($t = 0$), в беккерелях на литр. Отмечают дату приготовления эталонного раствора ($t = 0$).

5.1.3 Сцинтилляционный раствор

Сцинтилляционный коктейль выбирают согласно характеристикам анализируемой пробы и свойствам детекторного прибора.

Рекомендуется использовать высококачественный гидрофильный сцинтилляционный коктейль, особенно для измерения низких уровней активности.

Сцинтилляционный коктейль должен быть однородным и стабильным.

Для измерения сырой воды, содержащей суспензионные частицы, следует использовать сцинтилляционный коктейль, способствующий образованию смеси типа гели для добавляемого объема воды.

Рекомендуется хранить сцинтилляционный раствор:

- в темноте и, особенно перед использованием, не допускать воздействия прямых солнечных лучей и люминесцентного излучения для предотвращения люминесцентных помех;
- в условиях, установленных поставщиком сцинтилляционного коктейля.

Смеси (сцинтилляционный коктейль и испытательный образец) следует утилизировать как химические отходы, и в зависимости от радиоактивности может потребоваться их утилизация как радиоактивных отходов.

5.1.4 Тушитель

Примеры химических тушителей (не кислоты): органохлоридные соединения, нитрометан.

ПРИМЕЧАНИЕ Некоторые тушители опасны или токсичны.

5.2 Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

5.2.1 Жидкостный сцинтилляционный счетчик, предпочтительно с автоматической подачей образца, обеспечивающий его измерение или поправку на затухание в образце.

Рекомендуется работа при постоянной температуре. Следует соблюдать инструкции изготовителя.

Метод, установленный в этом международном стандарте, относится к широко применяемым жидкостным сцинтилляционным счетчикам (LSCs) с ампулами, которые вмещают около 20 мл. Когда используются другие ампулы с подходящими счетчиками, установленный метод должен быть соответственно адаптирован.

5.2.2 Пипетка, подходящая для

- точной подачи эталонного раствора (например, микропипетка вместимостью 100 мкл);
- точной подачи испытательного образца.

5.2.3 Весы, обеспечивающие, например, считывание с точностью до 0,1 мг.

5.2.4 Измерительные ампулы.

Существуют различные типы сцинтилляционных ампул, изготовленных с использованием различных материалов. Самыми распространенными являются стеклянные ампулы и ампулы из полиэтилена (PE). Стеклянные ампулы позволяют визуально контролировать сцинтилляционную среду, но имеют собственный фон, обусловленный присутствием ^{40}K . А некоторые органические растворители, содержащиеся в сцинтилляционных коктейлях, диффундируют через PE, ускоряя деградацию смеси.

Имеются и другие типы ампул.

- Стеклянные ампулы с низким уровнем ^{40}K , которые показывают более низкий фон, чем "нормальные" стеклянные ампулы.
- Ампулы из политетрафторэтилена (PTFE) или PE ампулы с PTFE покрытием на внутренней поверхности, которые настоятельно рекомендуются для определения очень низких концентраций ^{14}C . Диффузия органических растворителей через PTFE медленнее, чем через PE. Эти ампулы используются для продолжительного времени счета, когда должна быть измерена активность очень низкого уровня.

Обычно ампулы одноразовые. Если ампула предназначена для повторного использования, необходима ее эффективная очистка.

Для предотвращения люминесцентных помех измерительные ампулы следует держать в темноте и не подвергать действию прямых солнечных лучей или люминесцентного излучения, особенно перед использованием.

ПРИМЕЧАНИЕ Сцинтилляционные растворы на основе толуола могут физически искажать PE, и измерительные ампулы, изготовленные из этого полимера, не годятся для использования с ними. Диффузия органических растворителей в стенки и сквозь них также является серьезным препятствием для использования PE ампул.

6 Отбор проб и обращение с пробами

6.1 Отбор проб

Условия отбора проб должны соответствовать ISO 5667-1 и ISO 5667-3.

Пробы не должны подвергаться окислению во избежание нарушения углеродного равновесия (CO_3^{2-} , HCO_3^- , H_2CO_3), как установлено в ISO 5667-3.

Важно, чтобы лаборатория получила представительную пробу, не измененную во время транспортировки или хранения, в неповрежденном контейнере. Рекомендуется использовать стеклянную колбу, наполненную до максимума, чтобы минимизировать обмен ^{14}C с атмосферным CO_2 .

Для измерений активности низких уровней важно избегать любого контакта между пробой и окружающей средой во время отбора проб.

6.2 Хранение проб

Если требуется, проба должна храниться согласно ISO 5667-3 для диоксида углерода. Если продолжительность хранения превышает время, установленное в ISO 5667-3, рекомендуется хранить пробы в стеклянных колбах.