

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 13165-2

Первое издание
2014-04-15

Качество воды. Радий-226.

Часть 2.

Метод испытания с использованием эманометра

Water quality — Radium-226 —

Part 2: Test method using emanometry

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>

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



Ссылочный номер
ISO 13165-2:2014(R)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

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
Введение	v
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины, определения и условные обозначения	1
3.1 Термины и определения	1
3.2 Условные обозначения.....	2
4 Сущность метода.....	3
5 Реактивы и оборудование.....	3
5.1 Реактивы.....	3
5.2 Оборудование.....	3
6 Отбор и хранение проб.....	4
6.1 Отбор проб.....	4
6.2 Хранение проб.....	4
7 Процедуры	4
7.1 Подготовка образцов.....	4
7.2 Условия измерения	5
7.3 Процедура подсчетов.....	5
8 Гарантия качества и программа управления качеством.....	6
8.1 Общие вопросы	6
8.2 Воздействующие параметры	6
8.3 Верификация и калибровка прибора	6
8.4 Верификация метода	6
8.5 Демонстрация способностей аналитика.....	7
9 Выражение результатов.....	7
9.1 Удельная объемная активность водорастворимого ²²⁶ Ra.....	7
9.2 Стандартная неопределенность удельной объемной активности.....	7
9.3 Пределы доверительного интервала.....	8
9.4 Пример.....	9
10 Протокол испытания.....	9
Приложение А (информативное) Цепочки распада урана-238 и тория-232.....	10
Приложение В (информативное) Барботёр.....	12
Приложение С (информативное) Стеклоаналитическая камера.....	14
Библиография	15

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).

Процедуры, используемые для разработки этого документа и для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, следует отметить различные критерии, необходимые для одобрения различных типов документов ISO. Настоящий документ был подготовлен в соответствии с редакционными правилами, указанными в Директивах ISO/IEC, Часть 2 (see www.iso.org/patents).

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. Детали любых патентных прав, идентифицированных при разработке настоящего документа, будут указаны во введении и/или в списке патентных заявок, полученных ISO (см. www.iso.org/patents).

Любое фирменное название, используемое в этом документе, указывается только как информация для удобства пользователей и не является рекомендацией.

Объяснение значения специфических терминов ISO и выражений, относящихся к оценке соответствия, а также информацию о строгом соблюдении ISO принципов WTO относительно Технических барьеров в торговле (ТБТ) см. по URL: (Предисловие – Дополнительная информация)

ISO 13165-2 был разработан Техническим Комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 3, *Измерения радиоактивности*.

ISO 13165 состоит из следующих частей под общим названием *Качество воды. Радий-226*:

- *Часть 1. Метод испытания с использованием жидкостного сцинтилляционного счетчика*
- *Часть 2. Метод испытания с использованием эманометра*

Следующие части находятся в состоянии разработки:

- *Часть 3. Метод испытания с использованием соосаждения и гамма-спектроскопии*

Введение

Радиоактивность в окружающей среде обусловлена повсеместным присутствием различных естественных и антропогенных источников ионизирующего излучения. Следовательно, водные объекты (например, поверхностные, грунтовые и сточные воды) могут содержать нижеприведенные радионуклиды естественного и искусственного происхождения.

Естественные радионуклиды, включающие калий-40 и радионуклиды, образующиеся из рядов радиоактивного распада тория и урана, в частности радий-226, радий-228, уран-234, уран-238 и свинец-210, могут попадать в воду естественным путем (например, десорбция из почвы и вымывание дождевой водой) или в результате выбросов технологических процессов, в которых используются естественные радиоактивные материалы (например, добыча полезных ископаемых и обработка минеральных песков или производство и использование фосфатных удобрений).

Искусственные радионуклиды, такие как трансурановые элементы (америций, плутоний, нептуний, кюрий), тритий, углерод-14, стронций-90 и гамма-излучающие радионуклиды, могут попадать в природные воды в результате санкционированных плановых выбросов в окружающую среду небольших количеств промышленных отходов из предприятий ядерного топливного цикла. Их также сбрасывают в окружающую среду после использования в негерметизированном виде для медицинских и промышленных целей. Кроме того они встречаются в воде в виде загрязнения от прошлых радиоактивных осадков, которые происходят в результате взрыва ядерных устройств в атмосфере и аварий, таких как в Чернобыле и Фукусиме.

Питьевая вода может, таким образом, содержать радионуклиды с удельной активностью, представляющей риск для здоровья человека. Чтобы оценить качество питьевой воды (включая минеральную и родниковую воду) относительно содержания радионуклидов и дать руководящие указания по уменьшению риска для здоровья путем принятия мер для уменьшения удельной активности радионуклидов, проводят мониторинг радиоактивного загрязнения водных ресурсов (грунтовых вод, рек, озер, морей и т.д.) и питьевой воды согласно рекомендациям Всемирной организации здравоохранения [WHO]. [ISO 13165-2:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2:2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e30bf2-5f8e-46ed-ba3f-707fdd661a6e/iso-13165-2:2014>
Международный эталон для метода испытания удельной активности радия-226 в водных пробах подтвержден для испытательных лабораторий, выполняющих эти измерения, которые иногда требуются федеральными органами власти, так как для измерения радионуклидов в пробах питьевой воды лабораториям надо получить специальную аккредитацию.

Удельная активность радия-226 может широко меняться в зависимости от местных геологических и климатических характеристик и обычно колеблется в пределах от $0,001 \text{ Бк}\cdot\text{л}^{-1}$ до $50 \text{ Бк}\cdot\text{л}^{-1}$ в естественных грунтовых водах; требуемый уровень для радия-226 в питьевой воде согласно рекомендациям WHO составляет $1 \text{ мБк}\cdot\text{л}^{-1}$ (см. Ссылку [11]).

ПРИМЕЧАНИЕ Требуемым уровнем является удельная объемная активность при потреблении питьевой воды $2 \text{ л}\cdot\text{день}^{-1}$ в течение 1 года, приводящая к эффективной дозе $0,1 \text{ мЗв}\cdot\text{год}^{-1}$ для потребителей, которая представляет очень низкую степень риска, не предполагающую какого-либо обнаруживаемого вредного влияния на здоровье.

Настоящий международный стандарт является одним из серии стандартов по определению удельной активности радионуклидов в пробах воды.

Качество воды. Радий-226.

Часть 2.

Метод испытания с использованием эманометра

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 — Необходимо, чтобы испытания согласно этому документу проводились соответственно обученным персоналом.

1 Область применения

В этой части ISO 13165 устанавливается метод определения удельной объемной активности радия-226 (^{226}Ra) во всех типах воды с использованием эманометра.

Установленный метод применим для определения удельной объемной активности растворимого, суспендированного и полного ^{226}Ra во всех типах воды с удельными активностями ^{226}Ra выше $0,02 \text{ Бк}\cdot\text{л}^{-1}$.

В воде с высокими концентрациями ^{228}Th вмешательство продуктов распада ^{220}Rn может привести к переоценке измеренных уровней (см. Рисунок А.2).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы целиком или частично 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 5667-3, *Качество воды. Отбор проб. Часть 3. 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*

3 Термины, определения и условные обозначения

3.1 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются термины и определения, установленные в ISO 80000-10, и нижеследующие.

3.1.1

опорный эталон
reference measurement standard

эталон, предназначенный для калибровки других эталонов для величин данного рода в данной организации или данном месте

3.1.2

рабочий эталон
working measurement standard

эталон, который используется для калибровки или поверки средств измерений или измерительных систем

Примечание 1 к статье: В качестве рабочего эталона можно использовать раствор известной удельной объемной радиоактивности, полученный путем точного разведения или растворения опорного эталона.

3.2 Условные обозначения

Применительно к настоящему документу используются условные обозначения, определенные в ISO 80000-10, и нижеследующие.

c_A	удельная объемная активность ^{226}Ra в воде, в беккерелях на литр
c_A^*	порог принятия решения, в беккерелях на литр
$c_A^\#$	предел обнаружения, в беккерелях на литр
$c_{A^{\triangleleft}}, c_{A^{\triangleright}}$	нижняя и верхняя границы доверительного интервала, в беккерелях на литр
f_a	поправочный коэффициент на вращение ^{222}Rn в барботёре, безразмерный
f_d	поправочный коэффициент на распад ^{222}Rn в объеме обнаружения, безразмерный
n	число счета циклов
n_α	число альфа-излучателей, присутствующих в камере на беккерель радона, после периода ожидания с момента наполнения до начала счета камеры (n_α составляет приблизительно 3 за время ожидания 3 ч для 1 Бк радона)
N_0	число фоновых подсчетов
N	число общих подсчетов
t_c	время счета (общее для N, N_0), в секундах
t_i	время различных этапов процедуры измерения, $i = 0, 1$ и 2
U	расширенная неопределенность, вычисленная как $U = ku(c_A)$ при $k = 2$
$u(c_A)$	стандартная неопределенность, относящаяся к результату измерения
V	объем испытательного образца, в литрах
ε	общая эффективность, включая эффективность дегазации и эффективность счета данной системы, для измерений, выполненных при радиоактивном равновесии между ^{222}Rn и короткоживущими продуктами его распада, в импульсах в секунду в беккерелях
λ	постоянная распада ^{222}Rn , в секунду

4 Сущность метода

Настоящий метод основан на эманации и сцинтилляционных измерениях ^{222}Rn , газообразного дочернего продукта ^{226}Ra , из раствора (см. Ссылку [6]).

Измерение удельной объемной концентрации ^{226}Ra в воде проводят в два отдельных этапа, подготовки пробы и последующего измерения испытательного образца.

Подготовка включает:

- растворение, если испытанию подлежит весь радий или твердые частицы;
- фильтрацию, если измерение будет проводиться для растворимого радия.

Затем, если необходимо, проводится предварительное концентрирование и накопление продуктов распада без первоначального разделения.

После фильтрации и подкисления испытательный образец помещают в барботёр (см. Рисунок В.1) и сохраняют для вращающегося ^{222}Rn .

После соответствующего периода вращающегося радон удаляют из раствора, продувая его газом, не содержащим радона, и переводя в сцинтилляционную камеру с внутренней поверхностью, покрытой сульфидом цинка, который активирован серебром, $\text{ZnS}(\text{Ag})$ (см. Рисунок С.1)(см. Ссылку [8]).

Альфа-частицы, образуемые при распаде ^{222}Rn , и короткоживущие продукты его распада (^{218}Po , ^{214}Po), передают свою энергию, проходя через сцинтилляционную среду. Когда они возвращаются в свое основное состояние, электроны возбуждения в сцинтилляционной среде испускают фотоны из $\text{ZnS}(\text{Ag})$ покрытия, которые могут быть детектированы фотоумножителем (PMT). Фотоумножитель преобразует фотоны в электрические импульсы, которые затем подсчитываются. Число отсчитываемых импульсов прямо пропорционально удельной активности радона и продуктов его распада, присутствующих в сцинтилляционной камере.

Удельную активность растворимого ^{226}Ra вычисляют, учитывая известное устойчивое состояние между ^{226}Ra и ^{222}Rn после перевода ^{222}Rn в сцинтилляционную камеру.

Благодаря высокой энергии эманации радон может выделяться из частиц, суспендированных в воде. Поэтому в случае анализа сырой воды рекомендуется растворять твердую фракцию (см. Ссылку [7]).

5 Реактивы и оборудование

5.1 Реактивы

Все реактивы должны быть признанной аналитической чистоты, за исключением 5.1.3 и 5.1.4, и не должны содержать никаких веществ с обнаруживаемой альфа- и бета-активностью.

5.1.1 Концентрированный раствор азотной кислоты, HNO_3 .

5.1.2 Разбавленный раствор азотной кислоты, меньше или равный 100 г л^{-1} , без альфа-радиоактивности.

5.1.3 Стандартный раствор ^{226}Ra .

5.1.4 Эфиоцеллюлозный фильтр, пористость $0,45 \text{ мкм}$.

5.1.5 Раствор соляной кислоты, если требуется растворение твердой фракции ^{226}Ra .

5.2 Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

5.2.1 Нагревательные плитки.

5.2.2 Иглы, длиной приблизительно 30 мм, диаметром приблизительно 1,5 мм.

5.2.3 Барботёры, минимальным объемом 125 мл с двумя игольчатыми вентилями из (поли)тетрафторэтилена (см. Рисунок В.1).

5.2.4 Специализированная твердотельная сцинтилляционная детекторная аппаратура, оснащенная фотоумножителем.

5.2.5 Манометр, для измерения давления.

5.2.6 Плоскодонная стеклянная сцинтилляционная камера, объемом 250 мл до 500 мл.

На внутреннюю поверхность, за исключением донной части, наносится покрытие из сульфида цинка, активированного серебром, ZnS(Ag). Наружная поверхность покрыта светонепроницаемым материалом, кроме плоского днища, которое образует окошко для измерений (см. Рисунок С.1).

5.2.7 Вакуумный насос, для снижения давления до 300 Па.

5.2.8 Постоянный радиоактивный источник альфа-излучения, например ²³⁹Pu.

6 Отбор и хранение проб

6.1 Отбор проб

Условия отбора проб соответствуют ISO 5667-3.

Важно, чтобы лаборатория получала пробы, которые не были повреждены или изменены во время транспортировки и хранения.

6.2 Хранение проб

Если необходимо, водная проба (от 0,5 л до 1,0 л) должна храниться согласно ISO 5667-3.

Когда требуется предварительное концентрирование, пробу подкисляют до значений pH от 1 до 3 посредством HNO₃. При необходимости фильтрацию проводят непосредственно после сбора и перед подкислением.

Подкисление водной пробы минимизирует потерю радиоактивного материала из раствора посредством адсорбции. Если требуется фильтрация пробы, подкисление выполняют после; иначе радиоактивный материал, уже адсорбированный на твердые частицы, может десорбироваться.

7 Процедуры

7.1 Подготовка образцов

Когда растворимый радий и твердая фракция должны измеряться отдельно, водную пробу фильтруют, используя фильтр 0,45 мкм.

Первоначальный объем пробы обычно 0,5 л или 1,0 л.

Для объема 0,5 л добавляют к пробе (сырой или фильтрованной) 5 мл концентрированного раствора азотной кислоты (5.1.1). Концентрируют раствор путем выпаривания, без кипячения, уменьшая объем до 25 мл. Для концентрирования пробы можно использовать альтернативные методы, такие как соосаждение сульфата с последующим растворением, используя этилендиаминтетрауксусную кислоту (EDTA). В этом случае, если полное восстановление радия-226 не гарантируется, следует определить

химический выход и сделать поправку.

ПРИМЕЧАНИЕ Твердую фракцию ^{226}Ra растворяют путем минерализации, используя соляную или азотную кислоту.

После охлаждения переливают раствор в барботёр, несколько раз промывают разбавленным раствором азотной кислоты (5.1.2), протирают внутренние стенки контейнера. Промывные растворы переводят последовательно в барботёр. Полный объем не должен превышать 50 мл.

Rn-222, первоначально растворенный в воде, удаляется на первом этапе барботирования:

- открывают вентили;
- пропускают свободный от радона газ через водную пробу мелкими пузырьками как минимум в течение 20 мин;
- закрывают вентили.

Отмечают дату и время как t_0 .

Оставляют барботёр как минимум на 5 дней для накопления ^{222}Rn (по крайней мере на 2 дня, если срочно требуются результаты и при условии, что удельная активность составляет как минимум $2 \text{ Бк}\cdot\text{л}^{-1}$).

Образование осадка в барботёре за период вставания ^{222}Rn показывает, что восстановление ^{222}Rn может быть ослаблено и что для процедуры подготовки пробы нужен дополнительный этап фильтрования.

7.2 Условия измерения

Из-за процесса дегазирования только газообразные альфа-излучающие радионуклиды, ^{219}Rn (актинон) и ^{220}Rn (торон), могут вызывать помехи. Ожидается, что помехи от этих радионуклидов будут возникать очень редко в воде, не загрязненной такими промышленными отходами, как стоки из урановых обогатительных предприятий. Так как периоды полураспада этих нуклидов короткие, меньше 1 мин, только их альфа-излучающие продукты распада могут вызывать помехи.

7.3 Процедура подсчетов

Параллельно готовят сцинтилляционную камеру следующим образом:

- с помощью насоса создают вакуум в несколько кПа для удаления воздуха из сцинтилляционной камеры;
- наполняют камеру газом, не содержащим радона, до атмосферного давления;
- измеряют фон камеры, подсчитывая электрические импульсы от PMT за соответствующий период времени, равный времени измерения образца;
- снова с помощью насоса создают вакуум в несколько кПа для удаления воздуха из сцинтилляционной камеры.

Подсоединяют барботёр (вентиль 2) к сцинтилляционной камере. Чтобы перевести радон, открывают вентиль 1, и когда прекращается образование пузырьков, открывают вентиль 2. Барботирование должно быть очень медленным (мелкие пузырьки). Когда давления уравниваются, переводение заканчивается (около 20 мин).

Отмечают дату и время соответственно t_1 .

Закрывают вентили. Барботёр убирают.

Для оптимального счета оставляют сцинтилляционную камеру до достижения радиоактивного равновесия между ^{222}Rn и короткоживущими продуктами его распада (^{214}Po , ^{218}Po). Радиоактивное