
Качество воды. Радон-222.

Часть 3.

Эманационный метод измерения

Water quality — Radon-222 —

Part 3: Test method using emanometry

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13164-3:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3938d146-9a03-4b8b-b7ab-6d9240c2fa05/iso-13164-3-2013>

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



Ссылочный номер
ISO 13164-3:2013(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13164-3:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3938d146-9a03-4b8b-b7ab-6d9240c2fa05/iso-13164-3-2013>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

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 Термины, определения и обозначения.....	2
3.1 Термины и определения.....	2
3.2 Обозначения.....	2
4 Сущность метода.....	3
5 Отбор проб.....	3
5.1 Общие требования.....	3
5.2 Требования к пробоотбору.....	3
5.3 Объем пробы.....	3
5.4 Характеристики емкости для проб	3
6 Транспортирование и хранение	4
7 Перенос радона дегазацией	4
7.1 Цель	4
7.2 Принцип	4
8 Детектирование.....	4
8.1 Цель	4
8.2 Принцип	5
8.3 Сцинтилляция сульфидом цинка, активированным серебром:ZnS(Ag)	5
8.4 Ионизация воздуха	5
8.5 Полупроводниковые сцинтилляторы (альфа-детектирование).....	5
9 Программа обеспечения и контроля качества	5
9.1 Общие положения.....	5
9.2 Величины влияния	5
9.3 Верификация прибора	6
9.4 Верификация метода.....	6
9.5 Демонстрация возможностей аналитика	6
10 Обработка результатов	6
10.1 Объемная активность	6
10.2 Стандартная неопределенность объемной активности.....	7
10.3 Порог решения и предел обнаружения.....	7
10.4 Доверительные пределы.....	7
11 Расчет	8
12 Протокол испытания.....	8
Приложение А (информативное) Примеры методов измерения с помощью сцинтилляционных ячеек	9
Приложение В (информативное) Пример метода измерения, использующего ионизационную камеру	17
Библиография.....	23

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC, Часть 2. www.iso.org/directives.

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлениях о патентном праве. www.iso.org/patents.

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

За данный документ несет ответственность Технический комитет ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитет SC 3, *Измерения радиоактивности*.

ISO 13164 состоит из следующих частей под общим названием *Качество воды. Радон-222*:

- *Часть 1. Общие принципы*
- *Часть 2. Метод гамма-лучевой спектрометрии*
- *Часть 3. Эманионный метод измерения*

Следующая часть находится на стадии подготовки:

- *Часть 4. Метод измерения активности с помощью двухфазных жидкостных сцинтилляторов*

Введение

В окружающей среде наблюдается радиоактивность некоторых природных и искусственных источников. Таким образом, водные объекты (поверхностные воды, грунтовые воды и морская вода) могут содержать радионуклиды естественного и искусственного происхождения.

- Природные радионуклиды, включая калий-40, а также радиоактивные семейства тория и урана, в частности, радий-226, радий-228, уран-234, уран-238, свинец-210, можно обнаружить в воде по естественным причинам (например, десорбция из грунта и смыв дождевой водой) или в результате выбросов технологических процессов, включая встречающиеся в природе радиоактивные материалы (например, добыча и обработка минерального песка или производство и использование фосфатных удобрений).
- Искусственные радионуклиды, например, трансурановые элементы (америций, плутоний, нептуний, кюрий), тритий, углерод-14, стронций-90 и гамма-излучающие радионуклиды можно также обнаружить в природных водах по мере их повседневного выбрасывания в окружающую среду в малых количествах в сточные воды, выбрасываемые из установок ядерного топливного цикла, и после их использования в открытой форме в медицине или промышленности. Их также обнаруживают в воде за счет выпадения осадков после взрывов в атмосфере ядерных устройств и аварий в Чернобыле и Фукусиме.

Таким образом, питьевая вода может содержать радионуклиды в объемной активности, которая представляет риск для здоровья людей. Чтобы оценить качество питьевой воды (включая минеральные воды и родниковые воды) в отношении содержания радионуклидов и обеспечить руководство по сокращению риска для здоровья посредством принятия мер по снижению объемной активности радионуклидов, осуществляют мониторинг водных источников (грунтовые воды, река, озеро, море и т.д.) и питьевой воды в отношении их радиоактивности в соответствии с рекомендациями Всемирной организации здравоохранения (ВОЗ).

Стандартные методы определения объемной активности радона-222 в пробах воды требуются для испытательных лабораторий, выполняющих такие измерения, во исполнение требований национальных органов власти. Лаборатории может потребоваться получение специальной аккредитации для измерений радионуклидов в пробах питьевой воды.

Объемная активность радона в поверхностных водах очень низка, обычно ниже 1 Бк л^{-1} . В грунтовых водах объемная активность меняется от 1 Бк л^{-1} до 50 Бк л^{-1} в подземных водоносных пластах, от 10 Бк л^{-1} до 300 Бк л^{-1} в скважинах, и от 100 Бк л^{-1} до $1\,000 \text{ Бк л}^{-1}$ в кристаллических породах. Максимальная объемная активность обычно измеряется в породах с высокой концентрацией урана (Ссылка [15]).

Наблюдаются значительные колебания в объемной активности радона в водоносных горизонтах. Даже в районе с относительно однородными петротипами, вода из скважины может проявлять объемную активность радона значительно выше среднего значения для этого района. Также регистрируются значительные сезонные колебания (см. Приложения А).

Вода может растворять химические вещества на пути от поверхности почвы к водоносным горизонтам или родникам. Вода может проходить сквозь породу или оставаться на некоторое время в породе, некоторые пласты которой могут содержать природные радионуклиды в высокой концентрации. При благоприятных геохимических условиях вода может избирательно растворить некоторые из этих радионуклидов.

Руководство по содержанию радона в водопроводах питьевой воды, разработанное ВОЗ в 2008 г., предлагает осуществлять контроль, если концентрация радона в питьевой воде для водоснабжения населения превышает 100 Бк л^{-1} . Также рекомендуется испытывать все новые, особенно коммунальные водопроводные системы, использующие грунтовые воды перед использованием для общего потребления, и, если концентрация радона превышает 100 Бк л^{-1} , следует предпринять очистку источника, чтобы значительно понизить концентрацию радона (Ссылка [16]).

Настоящий международный стандарт является одним из серии стандартов на измерение объемной активности радионуклидов в пробах воды.

Происхождение радона-222 и его короткоживущих продуктов распада в воде и другие методы измерения в общем описаны в ISO 13164-1.

Качество воды. Радон-222.

Часть 3.

Эманационный метод измерения

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лицам, использующим настоящий международный стандарт, следует хорошо знать обычную лабораторную практику. Данный стандарт не ставит целью рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением, если таковые возникают. Пользователь сам берет на себя ответственность за установление соответствующих правил безопасности и гигиены труда, чтобы обеспечить соблюдение условий национальных регламентов.

ВНИМАНИЕ — Очень важно, чтобы испытания, проводимые в соответствии с данным международным стандартом, осуществлял соответствующим образом подготовленный персонал.

1 Область применения

Данная часть ISO 13164 устанавливает метод определения объемной активности радона-222 в пробе воды после переноса его из водной фазы в воздушную фазу дегазацией и детектирования. В ней даются рекомендации по экспресс-измерениям, выполняемым в течение менее 1 ч.

Объемная активность радона-222, которую можно измерить данным методом с помощью имеющихся в продаже приборов, находится в диапазоне от нескольких беккерелей на литр до нескольких сотен тысяч беккерелей на литр на 1 л для 100 мл испытуемой пробы.

Данный метод может успешно использоваться на 6 пробах 3 питьевой воды. Лаборатория несет ответственность за обеспечение надежности данного метода для проб воды на неиспытанных матрицах.

Данный метод можно применять в полевых условиях и в лаборатории.

В Приложениях А и В дается указание о необходимости соблюдения условия счета, чтобы удовлетворить требуемую чувствительность для мониторинга питьевой воды.

2 Нормативные ссылки

В настоящем документе даются нормативные ссылки на следующие документы либо их части, которые обязательны для его применения. Для датированных документов, допускаются к использованию только указанное издание. Для недатированных документов — последнее издание указанного 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 3. Консервация и обработка проб воды*

ISO 11929, *Определение характеристических пределов (порог решения, предел обнаружения и границы доверительного интервала) для измерений ионизирующего излучения. Основы и применение*

ISO 13164-1, *Качество воды. Радон-222 Часть 1. Общие принципы*

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

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

IEC 60973, *Испытания для германиевых гамма-детекторов*

IEC 61577-1, *Приборы радиационной защиты. Приборы для измерения содержания радона и продуктов распада радона. Часть 1. Общие требования*

IEC 61577-2, *Приборы радиационной защиты. Приборы для измерения содержания радона и продуктов распада радона. Часть 2. Конкретные требования к приборам для измерения содержания радона*

3 Термины, определения и обозначения

3.1 Термины и определения

Применительно к данному документу, применяются термины и определения, приведенные ISO 80000-10 и ISO 13164-1.

3.2 Обозначения

В данном документе используются обозначения, приведенные в ISO 80000-10, ISO 13164-1, а также следующие.

c	измеренная объемная активность радона в воздухе измерительной системы после дегазации, в беккерелях на кубический метр
c_0	объемная активность радона в воздухе измерительной системы до дегазации, в беккерелях на кубический метр
c_A	объемная активность радона в воде, в беккерелях на литр
c_A^*	порог решения, в беккерелях на литр
$c_A^\#$	предел обнаружения, в беккерелях на литр
$c_A^<, c_A^>$	нижняя и верхняя границы доверительного интервала, в беккерелях на литр
f_c	коэффициент преобразования из кубического метра в литр: 0,001
f_d	поправочный коэффициент на радиоактивный распад радона в течение временного интервала t , безразмерный
k_p, k_q	квантили стандартизованного нормального распределения для вероятностей, p, q , соответственно
L	коэффициент Оствальда
T_{H_2O}	температура пробы воды, в градусах Цельсия
t	временной интервал между отбором пробы и ее измерением, в секундах
U	расширенная неопределенность, вычисленная по формуле $U = ku(c_A)$ при $k = 2$
$u(c_A)$	стандартная неопределенность, связанная с результатом измерения
V_{H_2O}	объем испытываемой пробы, в литрах
V_a	объем воздуха измерительной системы, в кубических метрах

α, β	вероятность погрешности первого или второго рода, соответственно
γ	вероятность для доверительного интервала объемной активности
λ	постоянная распада радона-222, в обратных секундах
Φ	функция распределения стандартизованного нормального распределения

4 Сущность метода

Определение объемной активности радона-222 в воде дегазацией в воздушную фазу основано на:

- отборе и хранении в приспособленной емкости представительной пробы воды в момент времени, t ;
- переноса радона, растворенного в воде, в воздушную фазу дегазацией;
- детектирование испускаемого радоном или его твердыми продуктами радиоактивного распада, присутствующими в воздухе, альфа-излучения.

Объемная активность радона в воде определяется по объемной активности в воздушной фазе с учетом коэффициента Оствальда (см. ISO 13164-1).

5 Отбор проб

5.1 Общие требования

Проба должна быть представительной для анализируемой окружающей среды в данный момент времени.

5.2 Требования к пробоотбору

Условия и техника пробоотбора должны соответствовать ISO 5667-1, ISO 5667-3, и ISO 13164-1. Во время пробоотбора температура воды должна измеряться и регистрироваться.

Емкость наполняют полностью, чтобы избежать присутствия воздуха в контакте с отобранной водой.

Емкость необходимо наполнять таким образом, чтобы избежать дегазации радона из пробы. Техника пробоотбора, которую предполагается использовать, зависит от фактической ситуации.

Если аналитическая лаборатория не отвечает за пробоотбор, она должна предоставить емкость для измерения и установить метод отбора проб для исполнителей.

Рекомендуется взять несколько точечных проб в случае возникновения проблем, появляющихся в связи с условиями пробоотбора и транспортирования проб.

5.3 Объем пробы

Опыт показывает, что чтобы получить представительную для окружающей среды пробу, требуется отобрать объем не менее 1 л для анализа.

Рекомендуется брать 1 л пробы, но для эффективного определения используют меньшие объемы.

5.4 Характеристики емкости для проб

Выбор и подготовка подходящей емкости имеют большое значение. (См. ISO 5667-3).

Емкость с крышкой для содержания пробы должны соответствовать следующим требованиям.

- Они должны быть изготовлены из инертных материалов, непроницаемых для радона, негидрофобными и проводимыми (чтобы не адсорбировать радон и продукты его распада из окружающей атмосферы).
- Они также должны быть противоударными.

Объем емкости должен соответствовать объему воды, требующемуся для выбранного способа дегазации.

6 Транспортирование и хранение

При транспортировании и хранении проба должна поддерживаться при температуре ниже, чем исходная вода (но выше 0 °С) до производства измерения. Емкость должна быть защищена и плотно закупорена. Емкость должна быть упакована надлежащим образом, чтобы предотвратить утечку.

Период транспортирования и хранения до анализа должен быть максимально коротким с учетом периода полураспада радона-222, ожидаемой объемной активности и предела обнаружения используемого измерительного оборудования.

По поступлении в лабораторию проба должна поддерживаться при температуре ниже, чем исходная вода (но выше 0 °С), если ее невозможно проанализировать немедленно. Проба должна быть проанализирована максимально быстро.

Опыт показывает: важно, чтобы время с момента пробоотбора до анализа не превысило 48 ч.

7 Перенос радона дегазацией

7.1 Цель

Этот способ используют для переноса радона, растворенного в водной фазе, в воздушную фазу, так чтобы можно было применить детекторы и приборы для измерения радона в газообразном состоянии.

7.2 Принцип

Поскольку коэффициент Оствальда радона в воде довольно низкий, растворенный радон дегазируется в воздух естественно, с относительно низкой динамикой (в течение нескольких часов) (см. ISO 13164-1).

Для ускорения процесса дегазации можно использовать ряд способов:

- встряхивание пробы;
- пропускание через пробу не содержащего радон воздуха, используя мелкие воздушные пузырьки для увеличения площади поверхности обмена с воздухом;
- снижение давления в воздушной фазе.

Чтобы повысить предел обнаружения для метода измерения, необходимо, чтобы объемная активность радона в воздухе, используемого для процесса дегазации, была минимальной и измерялась до дегазации радона из воды.

8 Детектирование

8.1 Цель

Целью детектора является количественное определение альфа-излучения, испускаемого радоном и/или его твердыми продуктами распада, которые непосредственно связаны с объемной активностью радона в воздушной фазе.

8.2 Принцип

Можно использовать различные способы детектирования (см. ISO 11665-1^[1]).

8.3 Сцинтилляция сульфидом цинка, активированным серебром:ZnS(Ag)

Некоторые электроны в среде сцинтиллятора, например, в среде ZnS(Ag), обладают характерным признаком — испускание фотонов при возвращении в свое основное состояние после возбуждения альфа-частицей. Такие фотоны можно обнаружить с помощью фото(электронного) умножителя.

Это принцип, принято использовать для сцинтилляционных камер, например, ячейки Лукаса (Lucas cell), используемые для измерений небольших концентраций радона (см. Ссылки [5]–[7]) и ISO 11665-6^[2]).

8.4 Ионизация воздуха

При перемещении в воздухе каждая альфа-частица создает несколько десятков тысяч ионных пар, которые, в некоторых экспериментальных условиях, дают ток ионизации. Этот ток, хотя и очень низкий, можно измерить с помощью ионизационной камеры, которая дает объемную активность радона и продуктов его распада. Если пробоотбор производится через фильтр, то только радон диффундирует в ионизационную камеру, и сигнал будет пропорционален объемной активности радона (см. Ссылки [8]–[10] и ISO 11665-5^[2]).

8.5 Полупроводниковые сцинтилляторы (альфа-детектирование)

Полупроводниковый детектор, изготовленный, например, из кремния, преобразует энергию падающей альфа-частицы в электрический заряд. Эти заряды преобразуются в импульсы, амплитуда которых пропорциональна энергии альфа-частиц, испускаемых радоном и короткоживущими продуктами его радиоактивного распада (см. Ссылки [11]–[13]).

ПРИМЕЧАНИЕ Такой принцип обнаружения иногда связан с электростатическим осаждением изотопов, испускающих альфа-частицы

9 Программа обеспечения и контроля качества

9.1 Общие положения

Операции по контролю качества должны соответствовать ISO/IEC 17025.

9.2 Величины влияния

Различные величины могут привести к систематической погрешности измерения, что влечет за собой нерепрезентативные результаты. В зависимости от конкретного эманационного метода измерения влияющие величины могут воздействовать на следующие стадии в процессе измерения: отбор проб, транспортирование и хранение пробы; перенос радона из водной среды в другую; и измерение объемной активности радона.

Во время пробоотбора рекомендуется свести к минимуму влияние:

- температуры воды;
- турбулентности в воде;
- объема воздуха в емкости

Во время переноса радона из воды в воздух дегазацией необходимо учитывать влияние температуры воды.

В ходе измерений учитывают влияние:

- условий хранения детектора до начала измерений;
- стабильности характеристик системы детектирования (загрязнение поверхности детектора, насыщение и т.д.);
- возможного присутствия других альфа-излучателей (изотопы радона) в детектируемом объеме.

В случае, когда задержка между отбором проб и анализом слишком велика, может потребоваться учет присутствия растворенного радия в воде в качестве влияющего фактора.

Если подозревается присутствие ^{226}Ra , выполняют второе измерение той же самой пробы спустя промежуток времени, в 10 раз превышающий период полураспада ^{222}Rn (38 дней). Если объемная концентрация радона незначительна относительно первоначального результата измерения, то вклад ^{226}Ra считается пренебрежимо малым. В противном случае определяют объемную активность радия, ^{226}Ra , присутствующего в пробе воды.

9.3 Верификация прибора

Основные параметры прибора (эффективность, фон) должны периодически проверяться в рамках программы обеспечения качества, созданной лабораторией, следуя инструкциям изготовителя.

9.4 Верификация метода

Периодически подвергают верификации точность метода измерения:

- участие в практике взаимных сличений;
- анализ стандартных образцов.

Следует также проверять повторяемость (сходимость) метода, например, используя параллельные измерения.

Следует определить приемочные пределы испытаний, упомянутых выше.

9.5 Демонстрация возможностей аналитика

Если аналитик не пользовался этой процедурой раньше, необходимо выполнить определение прецизионности и систематической погрешности, выполнив параллельное измерение стандартного образца или добавленного стандарта. Лаборатория должна сама определить приемочные пределы.

Аналогичное испытание должно выполняться аналитиками ежедневно, используя данную процедуру с периодичностью, определенной лабораторией. Необходимо определить приемочные пределы.

10 Обработка результатов

10.1 Объемная активность

Объемную активность радона в воде, c_A , выраженную на день и время отбора пробы, можно получить, используя Формулу (1):

$$c_A = (c - c_0) \left(L + \frac{V_a}{V_{H_2O}} \right) f_c f_d = (c - c_0) \omega \quad (1)$$