
**Качество воды. Свинец-210. Метод
испытания с использованием
жидкостного сцинтилляционного
счетчика**

Water quality — Lead-210 — Test method using liquid scintillation counting

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13163:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013>

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



Ссылочный номер
ISO 13163:2013(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13163:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

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 членов 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 Условные обозначения	2
4 Сущность метода	3
5 Реактивы и оборудование	4
6 Отбор и хранение проб	5
6.1 Отбор проб	5
6.2 Хранение проб	5
7 Процедура	5
7.1 Приготовление образцов	6
7.2 Концентрирование	6
7.3 Отделение ^{210}Pb	7
7.4 Измерение	9
8 Программа обеспечения качества и управления качеством	10
8.1 Общие вопросы	10
8.2 Влияющие переменные	10
8.3 Верификация прибора	10
8.4 Загрязнение	11
8.5 Верификация метода	11
8.6 Демонстрация способности аналитика	11
9 Выражение результатов	11
9.1 Общие вопросы	11
9.2 Определение выхода	12
9.3 Вычисление удельной объемной активности	12
9.4 Порог принятия решения	14
9.5 Предел обнаружения	14
9.6 Пределы доверительного интервала	15
10 Протокол испытания	15
Приложение А (информативное) Примеры спектров	17
Библиография	19

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 настоящего документа, и процедуры, предназначенные для его последующего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, должны быть указаны разные критерии подхода к различным типам документов ISO. Проект настоящего документа был разработан по редакционным правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2. www.iso.org/directives

Обращается внимание на возможность того, что некоторые элементы данного международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав. Детали любых патентных прав, идентифицированных при разработке настоящего документа, будут указаны во введении или в списке ISO полученных патентных деклараций. www.iso.org/patents

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

Комитетом, ответственным за этот документ, является ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитет SC 5, *Измерения радиоактивности*.

ISO 13163:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fda55e-296c-4418-bcd8-182f86d83db0/iso-13163-2013>

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] и требованиям некоторых федеральных властей.

Международный эталон для метода испытания удельной активности свинца-210 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 свинца-210 может меняться в зависимости от местных геологических и климатических характеристик и обычно колеблется в пределах от $2 \text{ мБк} \cdot \text{л}^{-1}$ до $300 \text{ мБк} \cdot \text{л}^{-1}$ (Ссылки [12][13]). Требуемый уровень для свинца-210 в питьевой воде согласно рекомендациям WHO составляет $100 \text{ мБк} \cdot \text{л}^{-1}$ (Ссылка [14]).

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.

Качество воды. Свинец-210. Метод испытания с использованием жидкостного сцинтилляционного счетчика

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

ISO 13163 устанавливает метод определения удельной объемной активности свинца-210 (^{210}Pb) в пробах воды всех типов с использованием жидкостного сцинтилляционного счетчика (LSC). Пробы сырой и питьевой воды следует дегазировать, для того чтобы свести к минимуму вращение ^{210}Pb из радона-222 (^{222}Rn).

Используя имеющиеся в настоящее время жидкостные сцинтилляционные счетчики, этим методом можно измерять удельную объемную активность ^{210}Pb в диапазоне от менее 20 мБк·л⁻¹ до 50 мБк·л⁻¹. Эти значения могут быть получены за время счета от 180 мин до 720 мин для объема пробы от 0,5 л до 1,5 л.

Более высокие значения удельной активности ^{210}Pb могут быть измерены путем разбавления пробы или путем использования меньших аликвот или тем и другим способом.

В обязанность лаборатории входит обеспечение пригодности этого метода испытания для анализируемых проб воды

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

ISO/IEC Guide 99, *Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM)*

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

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*

3 Условные обозначения

Применительно к настоящему документу используются условные обозначения, определения, единицы и сокращения, определенные в ISO 80000-10, ISO 11929, ISO/IEC Guide 99, и нижеследующие.

C_{coeff}	коэффициент вставания ^{210}Bi до наступления равновесия в пробе за период между концом элюирования висмута и началом времени счета
c_A	удельная объемная активность в пробе, в беккерелях на литр
c_{A0}	удельная объемная активность эталона, 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
R_c	химический выход
r_b	скорость счета импульсов от холостого реактива, в обратных секундах
r_g	скорость счета импульсов от образца, в обратных секундах
r_s	калибровочная скорость счета, в обратных секундах
r_0	фоновая скорость счета, в обратных секундах
S1	элюированный раствор, содержащий свинец
t_g	время счета импульсов от образца, в секундах
t_s	время калибровочного счета, в секундах
t_0	время фонового счета, в секундах
U	расширенная неопределенность, вычисленная по $U = ku(c_A)$ при $k = 1, 2, \dots$, в беккерелях на литр
$u(c_A)$	стандартная неопределенность, связанная с результатом измерения, в беккерелях на литр
V	объем элюированной фазы, в литрах
V_e	общий объем испытательного образца вместе с носителем, в литрах
V_s	объем эталонного испытательного образца, в литрах
V_{sample}	объем образца, в литрах
V_1	объем аликвоты из S1 для счета ^{210}Pb , в литрах
V_2	объем аликвоты из S1 для определения химического выхода свинца, в литрах
ε	эффективность обнаружения относительно ^{210}Pb
ρ	концентрация свинца в элюате, в миллиграммах на литр
ρ_e	концентрация свинца в образце после добавления носителя, в миллиграммах на литр

4 Сущность метода

^{210}Pb является естественным бета-излучающим радионуклидом с максимальной бета-энергией 63,9 кэВ и периодом полураспада 22,3 года (Ссылки [15][16]). Он появляется в радиоактивном ряду ^{238}U ($4n+2$) как долгоживущий продукт распада ^{222}Rn (см. Рисунок 1).

^{210}Pb отделяют от его дочерних продуктов, висмута-210 и полония-210, методом экстракционной хроматографии и измеряют его активность жидкостно-сцинтилляционным счетчиком непосредственно после его выделения или непосредственно после вставания его дочернего продукта висмута-210. Существует и другой метод разделения (Ссылка [17]).

Чтобы избежать возможных помех во время жидкостно-сцинтилляционного счета импульсов от изотопов свинца-211 и свинца-214 и их дочерних продуктов, рекомендуется выждать как минимум 3 ч между элюированием свинца и счетом образца, давая возможность этим радионуклидам полностью распасться.

Для радионуклидов с более длительным периодом полураспада, таких как свинец-212 и его дочерние продукты, помехи исключают путем выбора подходящих счетных окон, так как их энергии гораздо выше, чем энергия ^{210}Pb (см. 7.4.2).

Для образцов с высокой удельной активностью требуется разбавление, чтобы исключить помехи от смолы и насыщение детектора при выполнении шагов разделения и счета соответственно.

Взвесь удаляют до анализа путем фильтрации, используя фильтры размером 0,45 мкм. Для анализа нерастворимой фракции требуется включение шага минерализации, который не рассматривается в ISO 13163.

ПРИМЕЧАНИЕ Подходящий шаг минерализации определен в ISO 18589-2.^[10]

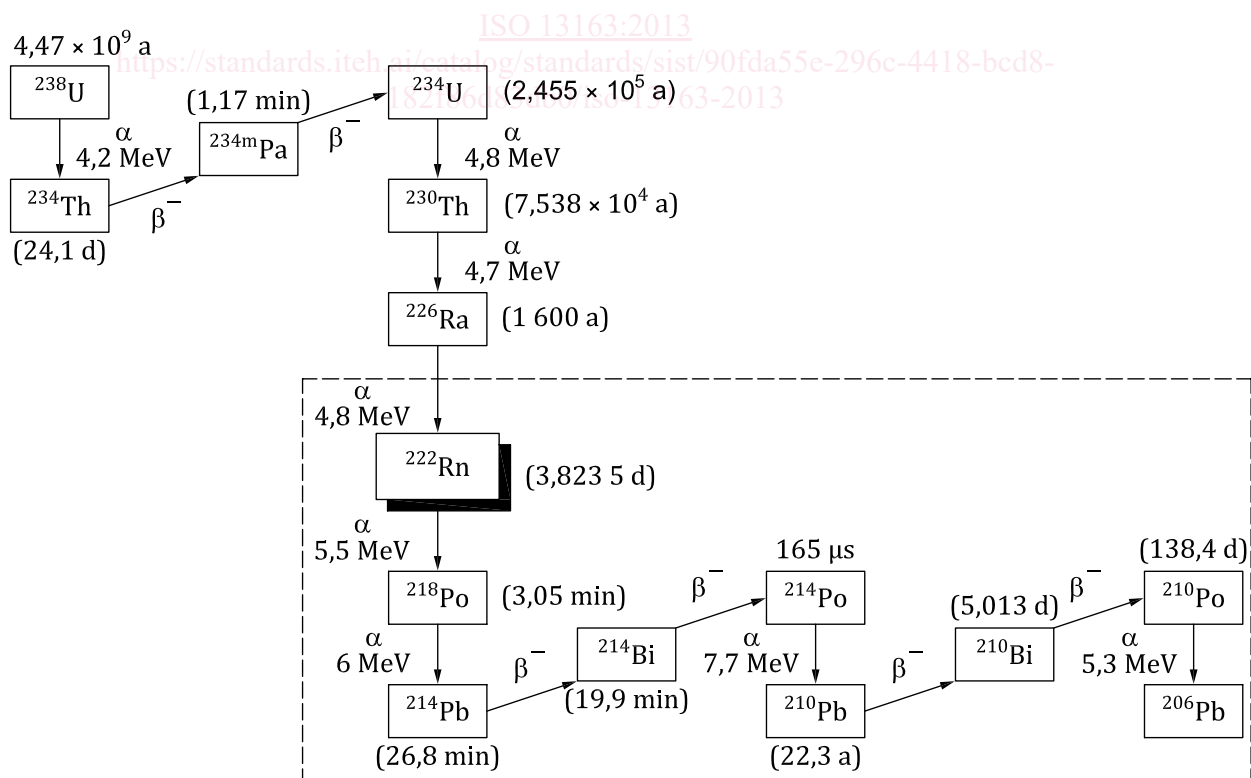


Рисунок 1— Уран-238 и продукты его распада (см. ISO 13164-1)

Необходимо знать концентрацию стабильного свинца в образце, чтобы определить добавляемую массу носителя свинца и вычислить химический выход при выделении ^{210}Pb .

Радиационную чистоту фракции ^{210}Pb можно подтвердить, проводя мониторинг активности вставания ^{210}Bi вплоть до равновесия при повторном счете в течение соответствующего периода времени.

5 Реактивы и оборудование

Используются только реактивы аналитической чистоты.

5.1 Реактивы

5.1.1 Азотная кислота, HNO_3 , концентрированная, т.е. $700 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$.

5.1.2 Соляная кислота, HCl , концентрированная, т. е. $370 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$.

5.1.3 Раствор соляной кислоты, $2 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1} \text{ HCl}$.

5.1.4 Раствор азотной кислоты, $1 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1} \text{ HNO}_3$.

5.1.5 Раствор азотной кислоты, $0,1 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1} \text{ HNO}_3$.

5.1.6 Раствор Fe(III), приблизительно $1 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$ в $0,1 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1} \text{ HNO}_3$ или $0,5 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1} \text{ HCl}$.

5.1.7 Стандартный раствор Pb(II), приблизительно $1 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$ в $0,1 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1} \text{ HNO}_3$ или $2 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1} \text{ HCl}$.

5.1.8 Аммиак, NH_4OH , концентрированный, например $280 \text{ г} \cdot \text{л}^{-1}$.

5.1.9 Цитрат аммония или раствор лимонной кислоты, $0,01 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$ до $0,1 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$, или **раствор этилендиаминтетрауксусной кислоты (EDTA)**, $0,01 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$.

5.1.10 Экстракционно-хроматографическая смола, например краун-эфир типа 18C6.

5.1.11 Жидкостно-сцинтилляционный коктейль, выбранный согласно характеристикам анализируемого образца и свойствам детекторного оборудования. Характеристики сцинтилляционного коктейля должны обеспечивать однородность и устойчивость смеси.

5.1.12 Лабораторная вода, дистиллированная или деионизированная, соответствующая ISO 3696,^[1] класс 3.

Деионизированная вода может содержать обнаруживаемые количества ^{222}Rn и его короткоживущие дочерние продукты. Поэтому настоятельно рекомендуется кипятить воду при интенсивном перемешивании и выдерживать 1 день перед использованием; или же рекомендуется дегазация под действием азота в течение 1 ч из расчета 2 л.

Все реактивы должны быть высокой чистоты (без детектируемого свинца) или с сертифицированным содержанием свинца. Валидация выполняется путем регулярных холостых проверок.

5.1.13 Радиоактивный раствор, стандартный раствор ^{210}Pb в равновесии с ^{210}Bi для определения результата счета жидкостной сцинтилляции.

5.1.14 Тушитель, например азотная кислота, ацетон, хлорорганические соединения (например, хлороформ), нитрометан. Любой из этих тушителей можно использовать.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Некоторые тушители опасны или токсичны.

5.2 Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

5.2.1 Система центрифугирования или вакуумной фильтрации.

5.2.2 Мембранный фильтр, размер пор 0,45 мкм.

5.2.3 Аналитические весы, точность 0,1 мг.

5.2.4 Оборудование для измерения стабильного свинца, например оборудование атомно-абсорбционной спектроскопии, масс-спектропии с индукционно связанной плазмой (ICP-MS), оптической эмиссионной спектроскопии с индукционно связанной плазмой (ICP-OES).

5.2.5 Бета-счетчик, жидкостный сцинтилляционный счетчик, оснащенный системой отображения данных и устройством для записи спектров.

5.2.6 Сцинтилляционные ампулы, например, из полиэтилена, подходящие для жидкостного сцинтилляционного счетчика.

6 Отбор и хранение проб

6.1 Отбор проб

Важно, чтобы лаборатория получала пробу, не измененную во время транспортировки или хранения, в неповрежденном контейнере (см. ISO 5667-3).

6.2 Хранение проб

Пробы должны храниться согласно общим требованиям ISO 5667-3.

Присутствие ^{222}Rn в пробе в концентрации $100 \text{ Бк} \cdot \text{л}^{-1}$ будет производить приблизительно $40 \text{ мБк} \cdot \text{л}^{-1}$ ^{210}Pb за 10 дней хранения. Следовательно, для определения времени хранения ^{210}Pb следует учитывать содержание в пробе радона.

7 Процедура

Измерение выполняется в трех следующих этапах:

- этап 1: концентрирование свинца путем соосаждения с $\text{Fe}(\text{OH})_3$, приготовленным *in situ* (Ссылка [18]);
- этап 2: выделение свинца на экстракционно-хроматографическую смолу (Ссылки [17][18][19][20][21][22][23]);
- этап 3: определение бета-активности ^{210}Pb или его дочернего продукта, ^{210}Bi (Ссылка [24]).

Химический выход выделения получают путем измерения выхода стабильного свинца, используемого как носитель. Таким образом, необходимо выполнить следующие шаги.

- Измерить первоначальное содержание свинца в образце, чтобы определить количество добавляемого носителя.
- Измерить содержание свинца в аликвоте с добавленным носителем пред химическим разделением.
- Измерить содержание свинца в окончательном элюате, который будет использоваться для счета