
Качество воды. Радий-226.

Часть 1.

**Метод испытания с использованием
жидкостного сцинтилляционного
счетчика**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Water quality — Radium-226 — Part 1: Test method using liquid
scintillation counting*

ISO 13165-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/DCF61147-BD7E-445D-AEB2-8D173039BF44/iso-13165-1-2013>

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



Ссылочный номер
ISO 13165-1:2013(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13165-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/DCF61147-BD7E-445D-AEB2-8D173039BF44/iso-13165-1-2013>



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 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 Условные обозначения, определения и единицы	2
4 Сущность метода	3
5 Реактивы и оборудование	3
5.1 Реактивы	3
5.2 Оборудование	4
6 Отбор проб	4
7 Установка и калибровка прибора	5
7.1 Приготовление калибровочных источников	5
7.2 Оптимизация условий счета	5
7.3 Эффективность обнаружения	5
7.4 Приготовление и измерение холостого образца	6
8 Процедура	6
8.1 Прямой счет	6
8.2 Термическое концентрирование	6
8.3 Приготовление образца	7
8.4 Измерение образца	7
9 Управление качеством	7
10 Выражение результатов	8
10.1 Вычисление удельной массовой активности	8
10.2 Стандартная неопределенность	8
10.3 Порог принятия решения	9
10.4 Предел обнаружения	9
10.5 Пределы доверительности	9
10.6 Вычисления с использованием удельной объемной активности	10
11 Контроль помех	10
12 Протокол испытания	10
Приложение А (информативное) Заданные параметры и данные валидации	12
Библиография	16

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.

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

ISO 13165-1 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 эманометрии*

Следующая часть находится 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.

- a) 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);
- b) 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].

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 $1 \text{ мБк}\cdot\text{л}^{-1}$ (Ссылка [7]).

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 1.

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 этой части ISO 13165 проводились соответственно обученным персоналом.

1 Область применения

ISO 13165 устанавливает метод определения удельной объемной активности радия-226 (^{226}Ra) в пробах пресной воды путем экстракции дочернего радона-222 (^{222}Rn) и его измерения с использованием жидкостного сцинтилляционного счетчика (LSC).

Нижний предел удельной объемной активности радия-226, которая может быть измерена этим методом с использованием существующих в настоящее время жидкостных сцинтилляционных счетчиков, доходит до $50 \text{ мБк}\cdot\text{л}^{-1}$. Этот метод не применим для измерения других изотопов радия.

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

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/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 и единицы

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

α	удельная массовая активность образца во время измерения, в беккерелях на грамм
α_S	удельная массовая активность стандартного раствора ^{226}Ra во время измерения, в беккерелях на грамм
α^*	порог принятия решения для удельной массовой активности, в беккерелях на грамм
$\alpha^\#$	предел обнаружения для удельной массовой активности, в беккерелях на грамм
$\alpha^<, \alpha^>$	нижняя и верхняя границы доверительного интервала, в беккерелях на грамм
c_A	удельная объемная активность, в беккерелях на литр
m	масса испытательного образца, в граммах
m_1	масса первоначального образца, подлежащего нагреву или, возможно, концентрированию, в граммах
m_2	масса нагретого или концентрированного образца, в граммах
m_3	масса нагретого или концентрированного образца, перемещенного в ампулу, в граммах
m_S	масса стандартного раствора ^{226}Ra , используемого для приготовления калибровочного образца, в граммах
r_0	скорость счета для холостого образца в альфа-окне, в обратных секундах
r_g	общая скорость счета для образца в альфа-окне, в обратных секундах
r_S	скорость счета для калибровочного образца в альфа-окне, в обратных секундах
t_0	скорость счета для холостого образца, в секундах
t_g	время счета для образца, в секундах
t_S	время счета для калибровочного образца, в секундах

$u(\alpha)$	стандартная неопределенность, относящаяся к результату измерения; в беккерелях на грамм
U	расширенная неопределенность, вычисленная с использованием $U = ku(\alpha)$ при $k = 1, 2, \dots$ в беккерелях на грамм
w	коэффициент равный $1/\varepsilon m$
ε	эффективность альфа-излучения
ρ	концентрация, в граммах на литр

4 Сущность метода

Удельную массовую активность ^{226}Ra определяют с использованием жидкостного сцинтилляционного счета дочернего ^{222}Rn при изотопном равновесии (99,56 %), достигаемом через 30 дней после приготовления образца. ^{222}Rn выделяют из водного раствора посредством сцинтилляционного несмешивающегося с водой коктейля внутри сцинтилляционной ампулы (Ссылки [1]–[4]).

Водный образец подкисляют, нагревают и, если возможно, концентрируют путем медленного выпаривания, для того чтобы десорбировать ^{222}Rn и получить лучший предел обнаружения. Концентрированный водный образец перемещают в непроницаемую для радона сцинтилляционную ампулу и добавляют несмешивающийся с водой сцинтилляционный коктейль.

Через 30 дней образец измеряют методом жидкостного сцинтилляционного счетчика (LSC), разделяя альфа- и бета-частицы: рассматривается только альфа-излучение ^{222}Rn и его короткоживущих дочерних продуктов (^{218}Po , ^{214}Po), так как это условие счета обеспечивает лучший предел обнаружения.

ISO 13165-1:2013

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/def61147-bd7e-445d-aeb2-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/def61147-bd7e-445d-aeb2-039bf44/iso-13165-1-2013)

039bf44/iso-13165-1-2013

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 Лабораторная вода, дистиллированная или деионизированная, соответствующая ISO 3696, сорт 3

Деионизированная вода может содержать обнаруживаемые количества ^{222}Rn и его короткоживущих дочерних продуктов. Поэтому настоятельно рекомендуется кипятить воду при интенсивном перемешивании и выдерживать 1 день перед использованием. Или же воздействовать азотом в течение 1 ч из расчета 2 л.

5.1.2 Азотная кислота, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$, $\rho = 1,42 \text{ г} \cdot \text{мл}^{-1}$, массовая доля $w(\text{HNO}_3) = 70 \%$.

5.1.3 Сцинтилляционный коктейль, имеющиеся в продаже сцинтилляционные коктейли, несмешивающиеся с водой и подходящие для разделения альфа- и бета-частиц (например, коктейли на основе диизопропилнафталина).

5.1.4 Стандартный раствор ^{226}Ra

Стандартный раствор ^{226}Ra должен иметь калибровочные сертификаты, указывающие как минимум удельную активность, неопределенность измерения и/или заявление о соответствии установленным метрологическим характеристикам.

5.2 Оборудование

5.2.1 Весы.

5.2.2 Нагревательная плитка с магнитной мешалкой и палочкой для перемешивания.

5.2.3 pH-метр.

5.2.4 Широкогорлая колба из полиэтилена высокой плотности для проб, объемом от 100 мл до 500 мл.

5.2.5 Жидкостный сцинтилляционный счетчик, с опцией разделения альфа- и бета-частиц, с термостатированной счетной камерой и предпочтительно ультранизким уровнем счета для получения лучших пределов обнаружения.

5.2.6 Полиэтиленовые сцинтилляционные ампулы, с политетрафторэтиленовым (PTFE) покрытием, 20 мл.

Полиэтиленовые ампулы с PTFE покрытием являются лучшим выбором, поскольку они препятствуют и диффузии коктейля в стенки ампулы, и абсорбции радона из окружающей среды. Стеклоампулы демонстрируют гораздо более высокий фон и обычно нарушают получаемое разделение альфа- и бета-частиц.

(standards.iteh.ai)

6 Отбор проб

ISO 13165-1:2013

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/def61147-bd7e-445d-aeb2-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/def61147-bd7e-445d-aeb2-8d1-30530147/iso-13165-1-2013)

В обязанность лаборатории входит обеспечение пригодности данного метода испытания для анализируемых водных проб.

Пробу отбирают согласно ISO 5667-1. Хранят водную пробу (от 0,1 л до 1 л) в пластиковой бутылке (5.2.4) согласно ISO 5667-3. Когда требуется концентрирование, пробу подкисляют до pH от 1 до 3 посредством HNO_3 (5.1.2). Если необходимо, фильтрование проводят непосредственно при отборе проб и перед подкислением.

Подкисление водной пробы минимизирует потерю радиоактивного материала за счет осаждения на стенке контейнера для проб. Если требуется фильтрация пробы, подкисление проводят позднее, иначе радиоактивный материал, уже адсорбированный на твердой фазе, может десорбироваться.

Если пробу не подкисляют, приготовление образца следует начинать по возможности сразу же и не позднее чем через 1 месяц с момента отбора проб (ISO 5667-3).

7 Установка и калибровка прибора

7.1 Приготовление калибровочных источников

Переносят точно известную массу, m_S , стандартного раствора ^{226}Ra (5.1.4) в сцинтилляционную ампулу (5.2.6). Обозначают удельную массовую активность во время измерения как a . Разбавляют водой (5.1.1) до предварительно выбранного объема, например, 10 мл. Добавляют сцинтилляционный коктейль (5.1.3) объемом, например, 10 мл.

Хранят образец не менее 30 дней для достижения векового равновесия.

Разбавленные стандартные растворы должны иметь pH от 0 до 2.

При хранении проб должна быть обеспечена оптимальная сохранность. Рекомендуется держать их в темноте. Выбирается единая обычно применяемая температура, чтобы не было влияния на коэффициенты распределения. Эта температура должна соответствовать характеристикам сцинтилляционного коктейля (5.1.3, см. инструкции изготовителя). Обычно, если это возможно, хранение в сцинтилляционной камере при температуре около 15 °C является подходящим.

7.2 Оптимизация условий счета

Окно для счета альфа-частиц устанавливают таким образом, чтобы были охвачены энергии всех трех альфа-излучателей, присутствующих в коктейльной фазе: ^{222}Rn (5,49 МэВ); ^{218}Po (6,00 МэВ) и ^{214}Po (7,69 МэВ).

Импульсы от калибровочного образца ^{226}Ra считают в режиме разделения альфа- и бета-частиц (см. инструкции изготовителя) в течение соответствующего периода при различных установках дискриминатора.

Наилучшая установка дискриминатора (рабочая точка) выбирается путем визуального контроля спектров, для того чтобы получить счет бета-частиц без альфа-спектра (см. Приложение А).

ПРИМЕЧАНИЕ Поскольку в коктейльной фазе вода отсутствует, тушение является низким и постоянным, а разделение альфа- и бета-частиц вполне четким.

7.3 Эффективность обнаружения

Пусть r_S скорость счета для калибровочного образца ^{226}Ra в альфа-окне, измеренная при ранее определенной оптимальной установке дискриминатора.

Определяют альфа-эффективность:

$$\varepsilon = \frac{r_S - r_0}{a m_S} \quad (1)$$

Допустимые пределы для эффективности должны быть определены.

ПРИМЕЧАНИЕ Альфа-эффективность включает эффективность счета и экстракции. Обычные значения находятся в диапазоне от 200 % до 300 % (альфа-излучения ^{222}Rn , ^{218}Po , ^{214}Po).

Рекомендуется проверять линейность метода. Эффективность оценивают, используя калибровочные образцы, активность которых охватывает весь рабочий диапазон.