

Додаток В

РАДОН-222, РАДІЙ-226, РАДІЙ-228 ТА УРАН. ВОДА АРТЕЗІАНСЬКИХ СВЕРДЛОВИН.
ВІДБІР ТА ПІДГОТОВКА, АНАЛІЗ ТА ГІГІЄНІЧНА ОЦІНКА

(Інструктивно-методичні вказівки)

Проект



Міністерство охорони здоров'я України

Інститут гігієни та медичної екології ім. О.М. Марзеєва АМН України

Радіаційний контроль

Радон-222, радій-226, радій-228 та уран. Вода артезіанських свердловин. Відбір та підготовка, аналіз та гігієнічна оцінка

Методичні вказівки

Київ – 2005

ЗМІСТ

1 ГАЛУЗЬ ЗАСТОСУВАННЯ.....	4
2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ	4
3 ТЕРМІНИ І ВИЗНАЧЕННЯ	5
4 ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ.....	5
5 ПОРЯДОК ВІДБОРУ ПРОБ.....	6
5.1 Загальні вимоги.....	6
5.2 Правила пакування і транспортування проб.....	6
6 МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ РАДІОНУКЛІДІВ	6
6.1 Довідкові матеріали.....	6
Радон	6
Уран.....	7
Радій.....	7
6.2 Визначення сумарної активності ізотопів урану	9
6.3 Визначення урану у воді методом рідинно-сцинтиляційного лічення.....	12
6.4 Визначення ізотопів радію у воді (^{226}Rn , ^{228}Ra , ^{224}Ra) –метод рідинно-сцинтиляційного лічення	13
6.5 Визначення радію-226 еманаційним методом	15
6.6 Визначення радію-228.....	16
6.7 Екстракційний метод визначення питомої активності радону-222 та радію-226 у воді методом рідинно сцинтиляційного лічення.....	17
Опис екстракційної системи рідина-рідина	17
Відбір зразків.....	18
Умови для вимірювань радону-222 та радію-226.....	18
6.7 Метод визначення питомої активності ізотопів радію у воді на основі напівпровідникової гамма - спектрометрії.....	19
6.8 Методика визначення ^{222}Rn у воді підземних джерел питного водопостачання методом гамма-спектрометричного аналізу	21
7 ПІДГОТОВКА ТА ПРОВЕДЕННЯ ВИМІРЮВАНЬ ПІСЛЯ РАДІО-ХІМІЧНОГО АНАЛІЗУ ТА ВИМОГИ ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ.....	23
8 ВИЗНАЧЕННЯ ВІДПОВІДНОСТІ ЯКОСТІ ВОДИ АРТЕЗІАНСЬКИХ СВЕРДЛОВИН ДО ВИМОГ РАДІАЦІЙНОЇ БЕЗПЕКИ.....	25
Д О Д А Т К И.....	26
Додаток А (обов'язковий).....	27
Додаток Б (обов'язковий)	28
Додаток В (обов'язковий).....	28
Додаток Г (обов'язковий)	30
ВИМІРЮВАННЯ РАДІОАКТИВНОСТІ: СТАБІЛЬНІСТЬ ОБЛАДНАННЯ, ЧУТЛИВІСТЬ, УЗАГАЛЬНЕНИЙ КОЕФІЦІЄНТ ЯКОСТІ ВИМІРЮВАНЬ	30
Загальні принципи	30
Контроль стабільності обладнання.....	30
МВА і похибка вимірювань.....	32
Узагальнений коефіцієнт якості радіометричних вимірювань	32
Додаток Д (обов'язковий).....	33

1 ГАЛУЗЬ ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Методичні вказівки (далі МВ) розповсюджуються на проведення гігієнічного контролю для оцінки радіаційної безпеки води артезіанських свердловин.

1.2 МВ встановлюють вимоги до відбору проб, методів лабораторних випробувань та оцінки відповідності води артезіанських свердловин вимогам і нормам радіаційної безпеки.

1.3 Методичні вказівки призначені для установ санітарно-епідеміологічної служби МОЗ України, а також організацій інших міністерств і відомств, які здійснюють радіаційний контроль води артезіанських свердловин.

1.4 МВ призначені для організацій, діяльність яких здійснюється в галузі виготовлення, ввозу, обороту води та напоїв, які використовують воду артезіанських свердловин.

1.5 Чинність МВ розповсюджуються на всю територію України.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Методичні вказівки розроблені у відповідності до нормативних документів України:

– Закон України “Про забезпечення санітарного і епідемічного благополуччя населення” із змінами;

– Закон України “Про якість та безпеку харчових продуктів і продовольчої сировини”;

– Наказ МОЗ України № 418 від 22.10.01 “Про затвердження “Комплексної програми здійснення державного санітарного нагляду в галузі радіаційної безпеки, радіаційного контролю об’єктів довкілля та індивідуального дозиметричного контролю установами державної санітарно-епідеміологічної служби МОЗ України та НДІ АМН України на 2001–2005 роки”;

– Наказ МОЗ України № 247 від 09.10.00 “Про затвердження тимчасового порядку проведення державної санітарно-гігієнічної експертизи”;

– Норми радіаційної безпеки України (НРБУ-97); ДГН 6.6.1-6.5.001-98, затвержені наказом МОЗ України № 208 від 14.07.97;

– Методические рекомендации «Оценка радиационной обстановки окружающей среды», МЗ УССР, Киев, 1988.

3 ТЕРМІНИ І ВИЗНАЧЕННЯ

Рахунковий зразок – визначена кількість речовини, яка отримана з досліджуваної проби відповідно до встановленої методики і призначена для вимірювань її радіаційних параметрів на радіометричній установці відповідно до регламентованої методики виконання вимірів.

Активність – величина, яка визначається відношенням кількості спонтанних перетворень ядер dN за інтервал часу dt :

$$A = \frac{dN}{dt} \quad (3.1)$$

Одиниця вимірювання – Бекерель (Бк).

Питома (об'ємна) активність радіонукліду – активність, що припадає на одиницю маси, об'єму. Одиниця вимірювання – Бекерель на кілограм ($\text{Бк} \cdot \text{кг}^{-1}$), Бекерель на кубічний метр ($\text{Бк} \cdot \text{м}^{-3}$).

Радіометрична установка – технічний засіб (радіометр, спектрометр) для виміру активності (питомої активності) радіонуклідів у рахунковому зразку.

4 ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

4.1 Методичні вказівки встановлюють порядок і правила відбору проб та пробопідготовки для радіологічних досліджень води артезіанських свердловин.

4.2 МВ є обов'язковими для підприємств і установ усіх форм власності на території України.

4.3 МВ поширюються на воду артезіанських свердловин.

4.4 У разі використання води артезіанських свердловин для господарсько-питного водопостачання або реалізації води артезіанських та інших джерел через торговельну мережу, кожне джерело (свердловина або група свердловин, що використовуються одночасно) повинно мати паспорт радіаційної якості води, форма якого, термін дії та правила оформлення регламентуються окремим документом Міністерства охорони здоров'я України.

4.5 Організації, що виконують контроль якості води артезіанських свердловин повинні бути акредитовані на технічну компетентність і незалежність в органах Держстандарту в установленому порядку і мати дозвіл органів Держсаннагляду на проведення радіологічних досліджень відповідно до вимог ОСПУ.

4.6 Результати виміру питомої активності у відібраних пробах повинні містити числові значення з оцінкою довірчої похибки ($P=0,95$) визначення параметру. Гігієнічна оцінка безпеки харчового продукту проводиться за результатами вимірів з використанням показника відповідності.

4.7 Прилади, призначені для проведення вимірів активності, повинні проходити державну метрологічну атестацію в органах Держстандарту у встановлений термін з видачею свідоцтва.

4.8 Порядок проведення радіаційного контролю води артезіанських свердловин включає наступні етапи:

- відбір проб;
- підготовка до аналізу;
- аналіз радіохімічний чи радіометричний;
- вимір активності у рахункових зразках;
- розрахунок результатів і похибок дослідження;
- гігієнічна оцінка радіаційної безпеки води артезіанських свердловин згідно з

НРБУ-97 п.8.6.4.

5 ПОРЯДОК ВІДБОРУ ПРОБ

5.1 Загальні вимоги.

5.1.1 Першим етапом радіаційного контролю води артезіанських свердловин є відбір проб, який повинен найбільш об'єктивно і вірогідно забезпечити радіаційні характеристики досліджуваної води артезіанських свердловин.

5.1.2 Перед відбором проб доцільно зробити дозиметричний контроль потужності дози гамма-випромінювання. У випадку перевищення фонового рівня результати радіаційного контролю відображаються в акті відбору проб.

5.1.3 Відбір проб води.

5.1.3.1 Відбір проб води здійснюють з джерел господарсько-питного водопостачання (свердловина, резервуар чистої води, колектор, водонапірна башта, тощо).

5.1.3.2 Об'єм проби визначається чутливістю методів, які застосовуються в аналітичній лабораторії для вимірювання радію-226,-228, радону та урану, виходячи з того, що на одиничний аналіз питомої активності радію-226,-228 та урану використовують по 2 л, 5 л або 10 л води, а на аналіз радону-222 не більше 1 л води. Проби відбираються таким чином, щоб кількості відібраної води було достатньо для проведення всіх аналізів, а крім того повинна бути додаткова кількість води, з якої можна провести повторний аналіз любого з названих радіонуклідів. За приведеними умовами мінімальна необхідна для аналізу кількість води складає 7 л, а максимальна - 31 л.

5.1.3.3 Правильний відбір проб води (відбір адекватного зразка) із свердловини є такий, коли свердловина працює безперервно (стаціонарно), а в разі коли свердловина нова або тимчасово не працювала її включають і вона працює безперервно принаймні 24-36 годин. Кран відкривають на 10-15 хвилин, а потім відбирають пробу. Посуд заповнюють вщерть і закривають герметично. Для відбору використовують сучасні поліетиленові ємності на 1 л, 1,5 л, 2 л, 5 л або 10 л. Проби води підкислюють 1 мл концентрованої HCl на 1 л води у розрахунку.

5.2 Правила пакування і транспортування проб.

5.2.1 Відібрані для дослідження проби води поміщають у вертикальному положенні в сухий чистий поліетиленовий пакет, прокладають обгортковим папером та зав'язують.

5.2.2 Кожну пробу супроводжують етикеткою, на якій вказують номер і назву проби, дату і місце відбору, її масу. Етикетку (опис) загортають у поліетилен і упаковують разом із пробую.

5.2.3 На відібрані проби складають супровідний документ (акт відбору проб) у двох екземплярах. В акті відбору проби вказують місце і час відбору, масу відібраного продукту, назву організації та прізвище людини, яка відбрала пробу, мету відбору та установу, в якій будуть проводити дослідження зразків.

Один екземпляр акта і опис проб упаковують разом із пробами, які направляються на дослідження. Другий екземпляр акта залишають на підприємстві, де проводиться відбір проб.

5.2.4 У дослідницькій лабораторії отримані проби реєструються в спеціальному журналі.

6 МЕТОДИ ВИМІРЮВАННЯ РАДІОНУКЛІДІВ

6.1 Довідкові матеріали

Радон

Радон - газоподібний елемент VIII групи Періодичної системи із атомним номером $Z = 86$ та масою $A = 222.0176$. Природна суміш ізотопів радону складається з трьох нуклідів,

що мають атомні маси 219, 220 та 222. Загалом існує 27 ізотопів радону з атомними масами від 200 до 226, що мають періоди напіврозпаду від 7.3 нс ^{215}Rn до 3.825 діб (222). Всі природні ізотопи радону - α - випромінювачі. Енергії α - частинок коливаються від 5.49 (222) до 6.82(219) MeV. Серед штучних ізотопів трапляються й β - випромінювачі. Кожному з природних ізотопів радону передують ізотопи радію. Завдяки малій середній тривалості життя (періоди напіврозпаду становлять відповідно 3.96 секунд, 55.6 секунд та 3.825 діб) ізотопи радону швидко приходять до рівноваги із своїми попередниками - ізотопами радію й широко використовуються для вимірювання їх концентрацій так званим еманацийним методом. Загалом низка методів, вживаних для вимірювання вмісту радону у природних середовищах, дуже широка і простягається від радіометрії α - випромінювання до α -, β - та γ -спектрометричних вимірювань після відповідної підготовки зразків.

Уран

Уран - хімічний елемент групи актиноїдів Періодичної системи елементів. Середній вміст його в земній корі складає 3-10 масових %. Найбільш стійкі, як в твердому стані так і в розчинах, сполуки чотирьох - шестивалентного урану. В нейтральних та кислих розчинах шестивалентний уран існує у вигляді катіону уранілу (UO_2^{2+}).

Таблиця 6.1 Природна суміш урану представлена трьома ізотопами:

Радіонуклід	Період напіврозпаду, роки	Частка в природній суміші (гірничі породи)	E_{MeV}
^{234}U	$2.454 \cdot 10^5$	0.0055	4.776(72.5%), 4.724(27.5%)
^{235}U	$7.037 \cdot 10^8$	0.7200	4.597(95%), 4.556(4.2%)
^{238}U	$4.468 \cdot 10^9$	99.2745	4.196(77%), 4.147(23%)

Із них ^{238}U - родоначальник радіоактивного сімейства $4n+2$; ^{235}U - родоначальник сімейства $4n+3$; ^{234}U входить до сімейства ^{238}U .

Кількісні методи вимірювання урану - колориметричні, вагові, об'ємні полярографічні, альфа-радіометричні та альфа-спектрометричні. Зокрема люмінесцентний метод дає можливість визначати у пробі до 10^{-11} г урану.

Радій

Радій - радіоактивний елемент II групи Періодичної системи елементів. За хімічними властивостями він досить схожий на барій, але більш хімічно-активний. Єдиний валентний стан його дорівнює 2^+ . Слаборозчинні солі радію - сульфати і карбонати. Властивості солей радію близькі до солей барію, однак розчинність останніх, як правило, вища. Відомо 14 ізотопів радію з масовими числами 213 і 218 - 230, як природних, так і отриманих штучним шляхом. Перший ізотоп радію - ^{226}Ra - був вперше виділений з уранової смоли в 1889 р. Він утворюється з ^{230}Th при α - розпаді і розпадається з $T_{1/2}=1622$ роки, випромінюючи α -частинки з енергіями 4.78 MeV (94.5%) та 4.6 MeV(5.55%).

При розгляді методів вимірювання ізотопів радію слід враховувати, що в воді ці радіонукліди зустрічаються у різних співвідношеннях, а при хімічному виділенні радію момент настання рівноваги з дочірніми продуктами, настання відповідної максимальної активності, спад активності (радій-224) відбувається в різні моменти часу, як приведено на рисунку 6.1. Виділення дочірнього продукту радію-228 – актинію-228, яке проводиться для вимірювання радію-228 доцільно робити через 36 годин з моменту виділення ізотопів радію (перше вимірювання на рисунку 6.1), коли накопичується максимальна рівноважна кількість актинію-228. Для вимірювання радію-226 потрібно проводити декілька вимірювань спектрів зразків після виділення радію, або вести аналіз зразка при досягненні 30 діб з моменту приготування зразка (друге вимірювання на рисунку 6.1).

Кожен прилад (радіометр чи спектрометр) вносить певні елементи адаптації методів Вимірювання ізоотопів радію. Очевидно, що метод Вимірювання радію-226 на основі еманометра має певну перевагу, тому що вимірюється його еманация – радон-222 а його визначенню ніщо не заважає.

Три інші ізоотопи радію є також членами природних радіоактивних сімейств: ^{223}Ra ($T_{1/2}=11.4$ діб, α) утворюється при α - розпаді ^{227}Th або при β - розпаді ^{223}Fr , ^{224}Ra ($T_{1/2}=3.64$ діб, α)- продукт α - розпаду ^{228}Th ; ^{228}Ra ($T_{1/2}=6.7$ року, β) утворюється при α - розпаді ^{232}Th .

Таблиця 6.2 Ланцюги розпаду ізоотопів радію (періоди напіврозпаду)

^{226}Ra	^{228}Ra	^{224}Ra
^{226}Ra 1620 роки	^{228}Ra 5.7 років	^{224}Ra 3.63 дні
^{222}Rn 3.83 дні	^{228}Ac 6.1 годин	^{220}Rn 55 с
^{218}Po 3.05 хвилини		^{216}Po 0.15 с
^{214}Pb 26.9 хвилини		^{212}Pb 10.6 години
^{214}Bi 19.7 хвилини		^{212}Bi 60.6 хвилини
^{214}Po 1.164 мкс		^{212}Po 300 нс
		^{208}Tl 3.1 хвилини
		^{208}Pb

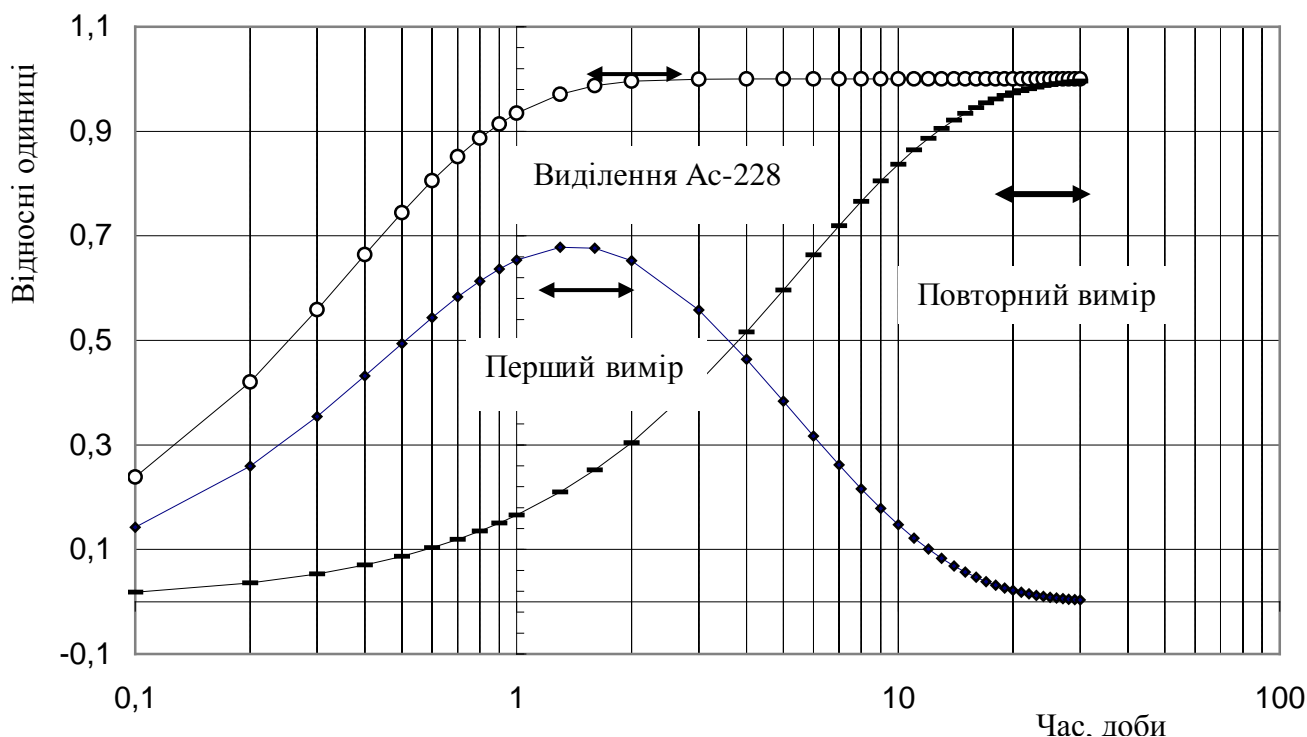


Рисунок 6.1 Зміни відносної активності дочірніх продуктів розпаду ізоотопів радію в підготовленому зразку.

- Ra-224
- Ra-228
- Ra-226

6.2 Вимірювання сумарної активності ізотопів урану

Принцип методу

Даний метод призначений для кількісного Вимірювання сумарної активності ізотопів урану в джерелах господарсько-питного водопостачання з мінералізацією до $10 \text{ гр}\cdot\text{кг}^{-1}$ у відповідності з вимогами Норм радіаційної безпеки України (НРБУ-97). Метод базується на концентруванні проби урану випарюванням, хроматографічному відділенні урану від природних і штучних радіонуклідів на сильнолужному аніоніті в солянокислому середовищі з наступним селективним електролітичним виділенням і вимірюванням на альфа-радіометрі суми ізотопів урану.

Мінімальне значення сумарної активності ізотопів урану у воді, що вимірюється, складає $0,03 \text{ Бк кг}^{-1}$.

Реактиви:

1. Кислота соляна концентрована, ч.д.а., ГОСТ 14261-77
2. Кислота соляна 6 М
3. Кислота соляна 1 М
4. Амоній йодистий, ч.д.а. , ГОСТ 3764-74
5. Амоній хлористий, ч.д.а. , ГОСТ 3373-72
6. Амоній шавлевокислий, ч.д.а., ГОСТ 5712-67
7. Смола, сильнолужний аніоніт АВ-17, ВП-1АП, DOWEX-1, у СІ- формі, фракція 0,075 мм
8. Розчин аміаку, ГОСТ 3760-60
9. Спирт етиловий, ГОСТ 17299-78
10. Кислота азотна, ч.д.а., ГОСТ 4461-71

Спеціальне обладнання

1. Сцинтиляційний альфа-радіометр ИСАА-97, альфа – бета - радіометр УМФ-2000 або подібний за параметрами.
2. Плитка електрична, ГОСТ 14919-83
3. Дистилятор Д-25, ТУ-64-1-2718 78
4. Ваги аналітичні, похибка вимірювань - 0,1 мг, діапазон - 0-100 мг
5. Ваги технічні ВРЛ-1, ГОСТ 19491-74
6. Мілівольтметр М 42100
7. Штатив лабораторний фірми «SIMAX» (Чехія)
8. Колонки хроматографічні скляні з внутрішнім діаметром 8 і 4 мм
9. Розбірна установка для електролітичного осадження радіонуклідів, що включає:
 - 9.1 Електролітичний осередок з анодним електродом
 - 9.2 Спиртівка лабораторна
 - 9.3 Джерело постійного струму типу Б 5-49
 - 9.4 Диски нержавіючі поліровані, сталь 1Х18Н10Т
10. Зразкові засоби вимірювань
11. Стандартний зразок урану-232
12. Набір зразкових спектрометричних альфа-джерел 2-го розряду
13. Склянки лабораторні 100, 400 і 2000 мл фірми «SIMAX» (Чехія)
14. Піпетки мірні 2-го класу на 1, 5 і 10 мл, ГОСТ 9147-80
15. Колби мірні 2-го класу на 100, 500 і 1000 мл, ГОСТ 1770-74
16. Чашка кварцова 50 і 100 мл, ГОСТ 10973-64
17. Скло годинникове
18. Палички скляні діаметром 3 мм

Хід аналізу

1. Гранульований сильнолужний аніоніт (АВ-17, ВП-1АП або DOWEX-1) стандартним розміром 0,5-1,0 мм подрібнюють у порцеляновій ступці або в млині і виділяють на ситах фракцію 0,1 - 0,076 мм.
2. Аніоніт завантажують у хроматографічну колонку діаметром 8 мм і пропускають через неї розчин 2М НСІ для переведення аніоніту в С1-форму
3. Кислоти необхідної концентрації готують розведенням концентрованої кислоти дистильованою водою.
4. Оксалатно-аміачно-хлоридний буфер готують із перекристалізованих реактивів 1.26 г $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ і 53 гр NH_4Cl розчинення у 1л води.
5. Підготовку альфа-радіометрів і альфа-спектрометрів до вимірювань проводять відповідно до інструкції з експлуатації цих приладів. Визначають робочі характеристики спектрометра: фон, енергетичну роздільну здатність, ефективність реєстрації альфа-частинок з енергією 4.195-5.313 МеВ.
6. Пробу води об'ємом 1 л підкислюють НСІ до рН =2,3. Вносять мітку при необхідності уран-232 і випаровують майже досуха. Проби охолоджують і додають 100 мл 6 М НСІ. Якщо спостерігається утворення гелю кремнієвої кислоти, пробу фільтрують через паперовий фільтр середньої щільності. Фільтр промивають 50 мл 6 М НСІ.
7. Колонку заповнюють 5 мл аніоніту в С1- формі і промивають 50 мл 6 М НСІ.
8. У підготовлену пробу вносять 0,5 NH_4J , витримують 15 хв. і пропускають через колонку зі швидкістю 3-5 мл·хв·ж. Фільтрат збирають.
9. Колонку промивають 50 мл 6 М НСІ.
10. Уран вимивають 100 мл 1 м НСІ.
11. Елюат випаровують до сухого залишку і обробляють (1м) його концентрованою НСІ.
12. Залишок розчиняють у 10 мл 6 М НСІ, додають 200 мг NH_4J і витримують 15 хв.
13. Розчин пропускають через колонку обсягом 1 мл з аніонітом С1- формі. Фільтрат відкидають.
14. Колонку промивають 10 мл 6 М НСІ.
15. Уран вимивають 10 мл 1 М НСІ.
16. У елюат для розкладання слідів NH_4J добавляють декілька крапель суміші концентрованих НСІ та HNO_3 (1:1) і випаровують до сухого залишку. Цю операцію повторюють двічі.
17. До сухого залишку додають 5 крапель 3м НСІ і 10 мл оксалатно-аміачно-хлоридного електроліту.
18. Розчин заливають в електролізний осередок і проводять електролітичне осадження урану на диск з нержавіючої сталі, при силі струму 800 мА і напрузі 12W впродовж 1 години.
19. Наприкінці процесу електролізу в електролізер додають 1 М концентрованого аміаку і через хвилину припиняють електроліз.
20. Диск витягують після електролізу, промивають послідовно водою, спиртом і прогрівають на спиртівці до солом'яного кольору.
21. Вимірюють альфа-активність суми ізотопів урану за допомогою низькофонового альфа-радіометра.
22. Розрахунок сумарної активності природної суміші ізотопів урану ($A_{U\text{сум}}$) проводиться по формулі:

$$A_{U\text{сум}} = \frac{N_{\text{сум}}}{V \cdot E \cdot B}, \quad (6.1)$$

де

$N_{\text{сум}}$ - сумарна кількість зареєстрованих імпульсів за час t , хв.;

V - об'єм проби води, л;

E - ефективність реєстрації альфа-частинок, імп. · Бк⁻¹;

B - хімічний вихід ізотопів урану.

- Хімічний вихід ізотопів урану визначається по формулі:

$$K_x = \frac{{}^{232}N}{{}^{232}A \cdot t \cdot E}, \quad (6.2)$$

${}^{232}N$ - вимірювана активність індикатора ${}^{232}U$, імп. ;

${}^{232}A$ - активність індикатора ${}^{232}U$, Бк;

t - час вимірювання сек;

E - ефективність реєстрації альфа-частинок.

- Точність результатів вимірювань оцінюється по формулі:

$$E = t \cdot S(\bar{A}), \quad (6.3)$$

де,

E - оцінка довірчих меж випадкової похибки;

T - коефіцієнт Ст'юдента, що приймає при довірчій імовірності P=0,95 у залежності від числа спостережень (вимірювань) n значення, приведені в таблиці.

$S(\bar{A})$ - оцінка середнього квадратичного відхилення результату вимірювань, що обчислюється по формулі:

$$S(\bar{A}) = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{A})^2}}{n \cdot (n - 1)}, \quad (6.4)$$

де,

x_i - результат i-ого спостереження;

\bar{A} - середніх арифметичне результатів спостережень (вимірювань);

n - число спостережень (вимірювань).

Остаточний результат вимірювань записується з достовірністю 95% у вигляді:

$$A \pm E, \text{ Бк} \cdot \text{л}^{-1}. \quad (6.5)$$

- Відносна похибка fm обчислюється по формулі:

$$fm = \frac{E \cdot 100}{\bar{A}}, \quad (6.6)$$

де

Якщо відносна похибка перевищує 30%, вимірювання повинні бути повторені.

Таблиця 6.3 Значення коефіцієнта Ст'юдента в залежності від числа спостережень при довірчій імовірності $P=0,95$

Коефіцієнт Ст'юдента	Число спостережень (вимірювань), n									
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
T	3,18	2,78	2,57	2,45	2,37	2,3	2,26	2,23	2,20	2,18

6.3 Вимірювання урану у воді методом рідинно-сцинтиляційного лічення

Принцип методу

Метод рідинно-сцинтиляційного лічення (РСЛ) використовується для Вимірювання сумарної активності урану у воді .

В основі методу лежить концентрування урану на гідроксид заліза з наступною екстракцією 20% розчином трибутилфосфату (ТБФ) у толуолі. Для проведення вимірювань методом рідинно-сцинтиляційного лічення до 20% розчину ТБФ у толуолі додають РС коктейль ЖС-8И або подібний за характеристиками сучасний Optiphase Highsafe 2¹. Процедура розроблена для рідинно-сцинтиляційного спектрометра (РСС) Quantulus 1220TM. Для проведення розрахунків активності зразків проводиться аналіз альфа - та бета-спектрів.

Реактиви

1. Розчин аміак без вуглецю.
2. Кислота азотна, концентрована ГОСТ 4461-77 ч.д.а.
2. Залізо хлорне 6-водне, ГОСТ 4174, водний розчин, 10 мг · см⁻³ по залізу.
3. Кислота азотна, 6М розчин.
4. Амоній азотнокислий, ГОСТ 3117-78, ч.д.а. 6М розчин.
5. Сцинтиляційна рідина Optiphase Highsafe 2 або ЖС-8И.
6. Стандартизований водний розчин азотнокислого уранілу - ЗРР стандарт.
7. Трибутилфосфат (ТБФ), 20% розчин у толуолі.
8. Стислий аргон. Спирт медичний (95%).
9. Спирт етиловий, ректифікат, ГОСТ 18300-87.
10. Реагент гасник - наприклад, чотирихлористе залізо.
11. Толуол, ч.д.а.

Хід аналізу

1. До скляного стакану внести фіксований об'єм проби (2 л).
2. Додати 4 мл FeCl₃ (10 мг/мл Fe³⁺) та 4 мл концентрованої HNO₃.
3. Нагріти та прокип'ятити для видалення CO₂.
4. Додати розчин NH₄OH без CO₂ до рН 9 та залишити на 2 години для формування гідроксиду.
5. Провести фільтрування розчину за допомогою водоструминного насосу.
6. Для відокремлення гідроксидів осад розчинити 40 мл 6М HNO₃.
7. Розчин перенести до ділильної лійки і додати 10 мл 20% розчину ТБФ у толуолі. Все разом трясти протягом 5 хвилин для переходу урану в органічну фазу.
8. За допомогою ділильної лійки провести розділення фаз, водну фазу злити.
9. До органічної фази додати 20 мл 6М розчину NH₄NO₃ для видалення залишків кислоти, трясти протягом 5 хвилин, розділити фази. Процедуру промивання органічної фази виконати 3 рази.
10. Органічну фазу перенести до вимірювальної пляшечки, провести барботування аргонном протягом 5 хвилин, додати 10 мл сцинтиляційної рідини. (Сцинтиляційну рідину зберігати в

¹ Сучасний рідкий сцинтилятор сумісний з водою виробництва Wallac Oy, Фінляндія.

герметичному посуді.) Підготовлену пробу накрити кришечкою добре струсити та провести вимірювання.

А. Установка вікна. Енергетичне вікно визначити до проведення вимірювань зразків та фону.

1. Провести підготовку та вимірювання зразка розчину азотнокислого уранілу так само як і в досліджуваних пробах. Використовувати конфігурацію рідинно-сцинтиляційного спектрометра, яка відповідає сумісному вимірюванню альфа - та бета - випромінювачів.

2. Провести оптимізацію енергетичних діапазонів за спектрами калібрувальних та фонового зразків (оптимізація показника якості вимірювань дає оптимум енергетичного вікна). Запис спектрів зразків дає можливість робити оптимізацію конфігурації і аналіз зразків повторно, якщо в цьому є потреба.

В. Вимірювання ефективності як функції гасіння. (див. Додаток А)

6.4 Вимірювання ізоотопів радію у воді (^{226}R , ^{228}Ra , ^{224}Ra) –метод рідинно-сцинтиляційного лічення

Принцип методу

Метод використовується для традиційного Вимірювання ізоотопів радію в зразках води за допомогою рідинно-сцинтиляційного лічення. В основі процедури лежить сумісне висадження радію з носієм барію у виді сульфату радію-барію, наступному його переводі в карбонати та розчиненні карбонатів у слабому розчині азотної кислоти. Для проведення вимірювань методом рідинно-сцинтиляційного лічення до водного розчину додають РС коктейль – HS-3 сумісний з водою та водними розчинами. Процедура розроблена для РСС Quantulus 1220TM. При проведенні вимірювань проводиться одночасна реєстрація альфа - та бета-випромінювання проби. Для розрахунків активності зразків проводиться аналіз отриманих альфа - та бета-спектрів.

Присутність одразу трьох ізоотопів радію в воді, які мають різне походження та різні періоди напіврозпаду, вимагає проведення вимірювань відразу після радіохімічного виділення ізоотопів радію, через добу – в умовах максимального накопичення дочірніх продуктів розпаду радію-224, через два та чотири тижні з моменту виділення радію.

Спеціальне обладнання

1. РС спектрометр Quantulus 1220TM фірми Wallac Oy.
2. Поліетиленові, боросилікатні (з низьким вмістом ^{40}K) або фторопластові сцинтиляційні пляшечки.
3. РС тритієве джерело - запаяна сцинтиляційна пляшечка з коктейлем.
4. РС радіовуглецеве джерело - запаяна сцинтиляційна пляшечка з коктейлем.
5. Фонове джерело - запаяна сцинтиляційна пляшечка з коктейлем.
6. Піпет - дозатор на об'єми 200-1000 мкл та 1,0-5,0 мл із змінними наконечниками.
7. Прецизійні ваги.

Реактиви:

1. Барій хлористий, ГОСТ 4108-72, к.ч, 9% розчин.
2. Залізо хлорне б-водне, розчин 10 мг · см⁻³ по металу, ГОСТ 4147-74 ч.д.а .
3. Кислота соляна, ГОСТ 3118-77.
4. Кислота сірчана, ГОСТ 4204-77,ч.д.а. 10% розчин.
5. Сцинтиляційна рідина Optiphase Highsafe 3.
6. Стандартизований водний розчин ^{226}Ra та ^{232}Th - ЗРР стандарти.
7. Перекис водню, ГОСТ 10929-64, к.ч. 30% розчин.
8. Спирт етиловий ректифікат, ГОСТ 18300-87.
9. Реагент гасник - наприклад, чотири хлористе залізо.

Хід аналізу

1. До скляного стакану внести фіксований об'єм проби (2 л).
2. Додати 3 мл 9% розчину BaCl_2 , 2 мл FeCl_3 (10 мг/мл Fe^{3+}) та мітку ^{133}Ba та нагріти і упарити.
3. Додати 100 мл концентрованої HCl , довести до кипіння.
4. Додати 20 мл 10% H_2SO_4 та залишити на ніч для формування осаду.
5. Провести фільтрування Ba(Ra)SO_4 за допомогою форвакуумного (водострумного) насосу.
6. До осаду додати 50 мл 10% Na_2CO_3 .
7. Кип'ятити протягом 3-х годин для переводу сульфатів в карбонати.
8. Карбонати охолодити та відфільтрувати.
9. Осад Ba(Ra)SO_4 розчинити в 10 мл 2N HNO_3 .
10. Провести випарювання до вологих солей, розчинити в 5 мл дистильованої води.
11. Водний розчин перенести до сцинтиляційної пляшечки та додати 15 мл РС, наприклад OptiPhase HighSafe 3. Ретельно струсити.

Підготовка зразків до вимірювань.

1. Позначити ідентифікатор зразка на відповідній сцинтиляційній пляшечці (кришці) таким чином, щоб запобігти або знизити ймовірність його можливого змиву спиртом.
2. Внести за допомогою піпетки фіксовану кількість (наприклад, 5.0 мл зразка та 15.0 мл рідкого сцинтилятора) для кожного зразка у відповідні сцинтиляційні пляшечки.
3. Уважно закрити кожну сцинтиляційну пляшечку, після чого старанно струшувати її протягом 10 - 20 секунд. Витерти кожну пляшечку зовні паперовим рушником змоченим медичним спиртом з метою видалення слідів у тому числі пальців.
4. Охолодити кожну пробу принаймні 10 хвилин перед її вимірюванням.
5. Приготувати фонову пробу так само як аналітичні. Приготовлена фонові проба – це така, яка готується із стабільного матеріалу, наприклад, дистильованої води), і має матрицю подібну, наскільки це можливо до аналітичних зразків.
7. Провести вимірювання зразків необхідний час (наприклад, 10 чи 120 хвилин). По завершенні вимірювань повернути проби в добре провітрюване приміщення, де зберігати їх до утилізації чи повторного аналізу, якщо в ньому є необхідність.
8. Провести розрахунки активності зразків за інформацією у відповідних дільницях спектрів, отриманою за допомогою програмного забезпечення приладу, за формулою (6.7).

$$A = \frac{(CPM - CPM_{фон}) \cdot 1000}{E \cdot Yield \cdot V \cdot 60} \quad (6.7)$$

де,

- A – питома активність в воді, $\text{Bк} \cdot \text{л}^{-1}$;
 CPM – швидкість лічення зразка, $\text{імп} \cdot \text{хв}^{-1}$;
 $CPM_{фон}$ – швидкість лічення фонового зразка, $\text{імп} \cdot \text{хв}^{-1}$;
 E – ефективність реєстрації $\text{імп} \cdot \text{Bк}^{-1}$;
 Yield – хімічний вихід зразка, долі одиниці ;
 V – об'єм зразка, л.

A. Установка вікна. Визначити енергетичне вікно до проведення вимірювань зразків та фону.

1. Провести підготовку та вимірювання зразків розчинів ^{226}Ra та ^{228}Ra (при використанні рівноважного розчину ^{232}Th в зразку присутній ^{224}Ra) так само як і в досліджуваних зразках. Використовувати конфігурацію РС спектрометра, яка відповідає сумісному вимірюванню альфа - та бета - випромінювачів.
2. Провести оптимізацію енергетичних діапазонів за спектрами калібрувального та фонового зразків (оптимізація показника якості вимірювань дає оптимум енергетичного вікна). Запис

спектрів зразків дає можливість проводити оптимізацію конфігурації і аналіз зразків повторно.

В. Вимірювання ефективності як функції гасіння. (див. Додаток А)

6.5 Вимірювання радію-226 еманаційним методом

Принцип методу

Процедура використовується для традиційного Вимірювання радію-226 за допомогою еманаційного методу в зразках води. В його основі лежить виділення радію у вигляді сульфату радію - барію, наступному розчиненні сульфату в трилоні Б і вимірюванні активності еманції радію - радону на лабораторному еманаційному приладі. Чутливість методу складає 0.01 Бк на зразок; похибка складає $\pm 20\%$. Вимірювання радону проводять через 4-7 діб, в залежності від передбачуваного вмісту радію в пробі, на лабораторному еманаційному приладі. При наявності в лабораторії розчину ^{133}Ba його використовують як мітку, яку вносять в пробу до барієвого осадження. Після проведення процедур виділення зразок запаюють в ампулі для накопичення радону.

Реактиви:

1. Плавикова кислота.
2. Концентрована азотна кислота.
3. Концентрована соляна кислота, 6 Н.
4. Сірчана кислота, 20%.
5. Розчин барію хлористого, 50 мг Ва/мл.
6. Натрій вуглекислий кристалічний 5%, 1% розчини
7. Двонатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти (трилон Б), 5% розчин в 5% розчині соди.
8. Розчин NH_4OH (1: 1).
9. Силікагель.
10. Натронне вапно.

Спеціальне обладнання

1. Лабораторний еманометр на основі сцинтиляційної камери (Лукаса).
2. Піпет-дозатор об'ємом 200-1000 мкл та 1,0-5,0 мл із змінними наконечниками.
3. Прецизійні ваги.
4. Барботери.
5. Калібрувальне джерело – барботер з відомою активністю ^{226}Ra

Хід аналізу

1. Попередню підготовку описано в 6.4 до п.10.
2. Далі розчин перенести в барботер, довести його об'єм до 50 мл, за герметизувати на 7, 14, 28 діб в залежності від очікуваної активності та чутливості методу.
3. Відкачку сцинтиляційних камер проводять за допомогою форвакуумного насосу. Камери слід відкачувати до тиску 10^{-1} - 10^{-2} мм. рт. ст.
4. Для заповнення камери радоном до верхнього патрубку камери, отвір якої закритий гумовою трубкою з гвинтовим затискачем, приєднують осушувач, наповнений силікагелем і натронним вапном (співвідношення 1 : 1). До іншого кінця осушувача підключають горизонтальний кінець запаяного барботеру. Кінець барботеру, що веде до камери, відламують (під гумою) і поволі відкривають кран камери. Коли тиск в барботері і камері вирівнюється, кран камери закривають, відламують верхній кінець барботеру і знову відкривають кран.
5. Встановити швидкість струменя повітря такою, щоб можна було рахувати бульбашки,

що проходять через розчин. Пропускання повітря повинно тривати 7-10 хвилин. Після того як тиск в камері вирівняється з атмосферним, кран камери закривають, барботер від'єднують і записують час його заповнення радоном.

- Камеру витримати 2,5-3,0 години (для встановлення радіоактивної рівноваги між радоном і його продуктами розпаду), після чого провести вимірювання.

6.6 Вимірювання радію-228

Принцип методу

Метод селективного вимірювання радію-228 базується на виділення дочірнього ^{228}Ac ($T_{1/2} = 6.13$ год.) з носієм лантаном і вимірюванні β - активності виділеного препарату на низькофоновому бета-радіометрі.

Спеціальне обладнання

- Низькофоновий бета-радіометр або РСЛ.
- Обладнання для радіохімічної підготовки зразку.

Реактиви

Розчин лантану азотнокислого, 50 мг La на 1 мл.

Інші реактиви - як приведено для радію-226 (п.6.5).

Хід аналізу

- Попередню підготовку провести подібно до **6.4** аж до п.9.
- В розчин, отриманий після переведення сульфату барію в карбонат, очищений від торію, ^{210}Pb і ін. елементів і підкислений соляною кислотою до рН=2, прилити розчин носія лантану (60 мг на La_2O_3) і залишити на 36 годин ($\sim 6 T_{1/2}^{228}\text{Ac}$).
- Після цього нагріти розчин до температури 70 °С і аміаком без вуглекислоти осадити луг лантану. Осад фільтрувати. Час завершення фільтрації записати (час відділення ^{228}Ac від ^{228}Ra).
- Фільтрат залишити для виділення ^{226}Ra з сульфатом (або карбонатом) барію.
- Осад промити три рази 5 мл порціями гарячої води, з'єднуючи промивну воду з фільтратом.

Підготовка зразків

1.Осад просушити, прожарити, розтерти в тиглі скляною паличкою і перенести на стандартну підстилку для вимірювання β - активності ^{228}Ac за допомогою планшетного бета-радіометра.

2. Для проведення вимірювань за допомогою рідинно-сцинтиляційного лічення проводиться розчинення осаду в 4-5 мл 1 м HNO_3 з наступним додаванням рідкого сцинтилятора – Optiphase Highsafe 3, Luma Gell або іншого, який має високий вміст води.

Вимірювання

Провести вимірювання швидкості лічення препарату на каліброваній низькофоновій установці для вимірювання β -активності. Вимірювання повторити ще 2 рази з інтервалом в 2 години, а після цього через 13-18 годин, щоб переконатися в радіохімічній чистоті виділеного ^{228}Ac .

Розрахунки

Розрахувати концентрацію ^{228}Ra в пробі по формулі:

$$A = \frac{N_{228Ac} \cdot K_{228Ac}}{e^{-\lambda_{228Ac} \cdot t} \cdot [1 - e^{-\lambda_{228Ac} \cdot t_1}] \cdot P} \text{ Бк кг}^{-1}(\text{л}^{-1})$$

(6.8 **Ошибка!**
Закладка не
определена.)

- де N_{228Ac} - швидкість лічення препарату актинію після віднімання фону, імп. хв.⁻¹;
 K_{228Ac} - коефіцієнт переходу від імп. хв.⁻¹ до Бк для ²²⁸Ac;
 λ_{226Ac} - стала розпаду ²²⁸Ac, год⁻¹ ;
 t - час, що пройшов від моменту висадження гідроксиду лантану (момент відділення ²²⁸Ac від ²²⁸Ra до моменту вимірювання швидкості лічення), годин;
 t_1 - час накопичування ²²⁸Ac в розчині ²²⁸Ra, годин;
 P - маса (об'єм) зразка, кг (л).

6.7 Екстракційний метод Вимірювання питомої активності радону-222 та радію-226 у воді методом рідинно-сцинтиляційного лічення

Принцип методу

Простий метод Вимірювання питомої активності ²²²Rn та ²²⁶Ra в воді на основі рідинного сцинтиляційного лічення. Використовується сцинтиляційна рідина яка придатна для сумісних альфа – бета - вимірювань вона виконує роль екстрагента. Для підготовки зразків застосовують скляні ділильні лійки або стандартний скляний посуд. Чутливість методу визначається об'ємом зразка води, що використовується та співвідношенням об'ємів вода/ сцинтиляційна рідина і може становити 0.01-0.025 Бк л⁻¹.

Спеціальне обладнання

1. РС спектрометр Quantulus 1220™ фірми, Wallac Oy.
2. Поліетиленові, боросилікатні (з низьким вмістом ⁴⁰K) або фторопластові сцинтиляційні пляшечки.
3. РС тритієве джерело - запаяна 20-мл сцинтиляційна пляшечка з коктейлем.
4. РС радіовуглецеве джерело - запаяна 20-мл сцинтиляційна пляшечка з коктейлем.
5. Фонове джерело - запаяна 20-мл сцинтиляційна пляшечка з коктейлем.
6. Піпет-дозатор об'ємом 200-1000 мкл та 1,0-5,0 мл із змінними наконечниками.
7. Прецизійні ваги.
8. Система для продування аргону через воду – балон, редуктор, поліетиленові трубки.

Спеціальні реагенти

1. Сцинтиляційна рідина (СР) типу ЖС-1 або приготована в лабораторії додаванням до толуолу сцинтиляторів - РРО в кількості 4 г на літр та РОРОР в кількості 0,1 г на літр. Можна використовувати інші СР незмішувани з водою та придатні для сумісних альфа – бета - вимірювань.
2. Стиснений аргон в балоні.

Опис екстракційної системи рідина-рідина

До складу екстракційної системи (рідина-рідина) входить органічний екстрактант та водна фаза (досліджуваний зразок). Обмін радону, що знаходиться в розчині, і досягнення рівноваги фаз здійснюється через межу розділу двох незмішуваних фаз. Перерозподілу радону сприяє процес глибокого перемішування фаз, який досить суттєво збільшує поверхню взаємодії цих фаз. Це в свою чергу дозволяє дуже швидко досягнути рівноваги фаз, зазвичай рівновага досягається за 1-2 хвилини. Коефіцієнт розподілу (по концентрації) екстрагованої речовини Dm в екстракційній системі визначається співвідношенням:

Ошибка!
Закладка не
определена.(
 6.9)

$$D_m = \frac{(Conc.M)_{org.}}{(Conc.M)_{aq.}},$$

де $(Conc.M)_{org.}$ концентрація екстрагованої речовини в органічній фазі, Бк л⁻¹;
 $(Conc.M)_{aq.}$ концентрація екстрагованої речовини в водній фазі, Бк л⁻¹.

Доля екстрагованої речовини $F_r(\%)$ в двофазній системі залежить, від співвідношення фаз:

$$F_r = \frac{D_m \cdot V_{org.}}{D_m \cdot V_{org.} + V_{aq.}}, \quad (6.10)$$

де $V_{org.}$ - об'єм органічної фази, л ($V_{org.}=0.025$ л);
 $V_{aq.}$ - об'єм водної фази, л.

Відбір та підготовка зразків

Відбір зразків.

Зразки для вимірювання питомої активності ²²²Rn та ²²⁶Ra у воді відбираються в скляний герметичний посуд стандартного розміру, наприклад ємністю 0,5, 0,75 та 1,0 л і закриваються герметично. Посуд в лабораторії використовується для підготовки проб.

Умови для вимірювань радону-222 та радію-226.

Зважаючи на те, що ²²²Rn та ²²⁶Ra у воді не знаходяться в рівновазі, їх рівні питомої активності відрізняються у всякому разі в десятки, сотні разів, вимірювання радону і радію проводяться в різний час: перше - на момент доставки зразків в лабораторію і друге - після встановлення рівноваги між ²²⁶Ra і ²²²Rn. В кожному випадку проводиться вимірювання ²²²Rn.

Приготування зразка при вимірюванні радону-222.

1. Додати в посудину (ділильну лійку або пляшку) з водою 25 мл рідкого сцинтилятора, закрити її герметично.
2. Виконати глибоке перемішування рідких фаз (водну та органічну) струшуванням посудини протягом 3-5 хвилин.
3. Витримати екстракційну систему протягом 5 хвилин до повного розділення рідких фаз.
4. Розділити фази – обережно злити воду з ділильної лійки, відібрати 20 мл рідкого сцинтилятора до лічильної пляшечки.
5. Провести вимірювання проби.

Приготування зразка при вимірюванні радію-226.

1. Провести продування аргону через посудину (пляшку) з водою проби. Закрити герметично.
2. Витримати пробу протягом 30 діб.
3. Додати в посудину з досліджуваною водою 25 мл рідкого сцинтилятора, закрити її герметично.
4. Виконати глибоке перемішування рідких фаз (водну та органічну) струшуванням посудини протягом 3-5 хвилин.
5. Витримати екстракційну систему протягом 5 хвилин до повного розділення рідких фаз.

6. Розділити фази – обережно злити воду з ділильної лійки, відібрати 20 мл рідкого сцинтилятора до лічильної пляшечки.
7. Провести вимірювання проби.

Калібрування методу при використанні різного посуду

Для вимірювання рівня екстракційної спроможності сцинтилятора ЖС-1, або коефіцієнту обміну радону проводиться екстракція каліброваних проб радону із фіксованого об'єму води ($V_{aq}=25, 100, 250, 500$ і 1000 мл). Це дає можливість проводити визначення радону використовуючи посуд різного об'єму.

Конфігурація приладу для вимірювань

Сумісні вимірювання α - і β - випромінювачів проводяться із застосуванням аналізатора довжини імпульсу - PSA (Pulse Shape Analyzer). Умови розділення α/β - спектрів відрізняються для різних зразків. Вибір рівня PSA індивідуальний для кожного зразка, залежить від посуду, в якому проводяться вимірювання, сцинтилятору та рівня домішок (гасіння зразка). Для стандартизації процедури вимірювання зразків радону використовується один і той же рівень $PSA=60$. Встановлено, що при таких умовах вплив гасіння на повноту реєстрації спектру α - випромінювання $^{222}\text{Rn}+^{218}\text{Po}$ практично відсутній. Це дає можливість використовувати для розрахунків активності зразків інтенсивність реєстрації випромінювання суми ^{222}Rn та ^{218}Po . Оскільки момент встановлення рівноваги в системі $^{222}\text{Rn} - ^{218}\text{Po}$ визначається тільки ^{218}Po ($T_{1/2}=3.06$ хв.), проводити вимірювання зразків можна вже через 15-20 хвилин після екстракції, тоді як у разі використання інтенсивності реєстрації випромінювання суми, яка ще включає і ^{214}Po , час досягнення рівноваги становить 2.5-3.0 години.

Розрахунки

Для розрахунку питомої активності ^{222}Rn на момент вимірювання використовується формула:

$$A_i = \frac{CPM - BG}{60 \cdot Eff \cdot V \cdot F_r \cdot k}, \quad (6.11)$$

де, A_i - питома активність ^{222}Rn в воді на момент вимірювання, Бк л^{-1} ;
 CPM - швидкість лічення зразка, імп. хв.^{-1} ;
 BG - швидкість лічення фону, імп. хв.^{-1} ;
 Eff - ефективність реєстрації випромінювання зразка, ($^{222}\text{Rn}+^{218}\text{Po}$) - 2.0 (200 %);
 F_r - доля екстрагованого ^{222}Rn ;
 k - коефіцієнт співвідношення об'ємів сцинтилятору, що вноситься для екстракції до об'єму вимірюваного зразка, який визначається за формулою:

$$K = \frac{V_s}{V_{org}}, \quad (6.12)$$

де - V_s - об'єм сцинтилятору проби, мл,
 V_{org} - об'єм сцинтилятору - органічної фази, мл,

Корекцію на розпад ^{222}Rn проводити за формулою:

$$A = A_i \cdot e^{\frac{\ln(2)T_i}{T_{1/2}}}, \quad (6.13)$$

де, A - питома активність, Бк л^{-1} ,
 T_i - сумарний час з моменту відбору зразків і до вимірювання ^{222}Rn та , доби;

$T_{1/2}$ - період напіврозпаду ^{222}Rn , доби ($T_{1/2}=3.82$ доби).

6.7 Метод вимірювання питомої активності ізотопів радію у воді на основі напівпровідникової гамма - спектрометрії

Застосування

Простий метод вимірювання питомої активності ізотопів радію (^{224}Ra , ^{226}Ra , ^{228}Ra) в воді на основі гама-сцинтиляційної спектрометрії. Для приготування зразків застосовується концентрування ізотопів за рахунок сумісного висадження радію-барію. При використанні 10 літрів води та чутливості спектрометра 0.3 - 0.7 Бк на пробу становить відповідно 0.03 - 0.07 Бк \cdot л $^{-1}$.

Спеціальне обладнання

1. Сучасний напівпровідниковий гама-спектрометр, який має МДА 0.3 - 0.7 Бк на пробу.
2. Герметичний посуд для проведення вимірювання на гама-спектрометрії.
3. Калібрувальні зразки у відповідному посуді.
4. Посуд та обладнання для проведення радіохімічного виділення зразків як описано в 6.4

Спеціальні реагенти

1. Всі реагенти приведено в 6.4
2. Зразковий розчин Ва-133.

Хід аналізу

3. Аналіз виконувати з 10 літрів води як приведено в 6.4. включаючи до п.9 або п.10. При наявності в лабораторії зразкового розчину Ва-133 додати в воду фіксовану кількість розчину Ва-133. Зазвичай кількість Ва-133, яка вноситься для аналізу хімічного виходу, може зменшуватись, якщо очікувана активність ізотопів радію невисока. В залежності від посуду, який застосовується для гама-вимірювань, можна використовувати сухий осад або водний слабо кислий розчин, відповідно до методики 6.4 п.9 або п.10. Після внесення матеріалу проби вимірювальний посуд закрити герметично.

Вимірювання.

Вимірювання гама-спектрів виконуються за стандартною методикою. Провести вимірювання зразка необхідно декілька разів, наприклад, у відповідності до рисунка 6,1. Так вимір 1 буде відповідати максимальній активності дочірніх продуктів розпаду (ДПР) радію-224, оптимальний момент, коли за гама-лініями ДПР визначається радій-224.

Повторне вимірювання потрібно провести не раніше як через два тижні з моменту герметизації проби, а краще – через місяць, див. другий вимір на рисунку 6.1.

Розрахунки

Для розрахунків радію-224 використовують гама-спектр, який записали при першому вимірюванні, та проводять корекцію на розпад проби по радію-224, для цього розраховують час, який пройшов з моменту відбору проби до моменту вимірювання.

Попередню оцінку активності радію-226 можна отримати при виконанні розрахунків по гама-лінії 186 кеВ. Для отримання більш точних результатів розраховують радій-226 за його ДПР. Якщо повторне вимірювання проводилось раніше ніж 30 днів з моменту герметизації проби, потрібно проводити корекцію на невірноваженість ДПР радію-226, яка визначається радоном-222.

Вимірювання активності радію-228 проводять за гамма-лінією актинію-228 зі спектру, який записано не раніше 36 годин з моменту радіохімічного виділення радію.

Контроль хімічного виходу проводиться по ваговому барію або по барію-133. Коефіцієнт хімічного виходу визначається як відношення маси барію після аналізу до маси

барію, який вноситься в воду до висадження при масовому визначенні, або як відношення площі піку барію-133 в пробі після висадження до площі піку, яку дає фіксована кількість барію-133, яку вносять в воду для аналізу при вимірюванні за один час і в однаковій посудині – при одній геометрії.

6.8 Методика вимірювання ^{222}Rn у воді підземних джерел питного водопостачання методом гамма-спектрометричного аналізу

1 Призначення методики

1.1 Методика призначена для органів і закладів санітарно-епідеміоло-гічної служби, що здійснюють державний санітарний нагляд за станом питного водопостачання.

1.2 Методика може бути використана організаціями інших міністерств і відомств, що здійснюють радіаційний контроль за якістю питної води.

1.3 Методика визначає правила відбору проб води, порядок проведення вимірів об'ємної активності ^{222}Rn та обробки результатів вимірів на спектрометрі енергій гамма-випромінювання.

1.4 Методика забезпечує вимірювання об'ємної активності ^{222}Rn у пробах води з основною похибкою не більш 30% для довірчої ймовірності $P=0,95$. Похибка для конкретного виміру залежить від активності радіонуклідів у лічильному зразку, часі виміру та інших факторів.

2 Основні положення

2.1 «Нормами радіаційної безпеки України» (НРБУ-97) встановлено радіаційно-гігієнічні регламенти четвертої групи, спрямовані на зменшення доз хронічного опромінення людини від техногенно підсилених джерел природного походження.

2.2 Одним із природних радіонуклідів, для яких встановлюється рівень дій, є ^{222}Rn . Його питома активність у воді згідно НРБУ-97 не повинна перевищувати 100 Бк/л.

2.3 Радон являє собою важкий інертний газ, що не має смаку і запаху, порівняно добре розчинний у воді. Він є продуктом розпаду ^{226}Ra .

2.4 Активність ^{222}Rn у підземних водах формується за рахунок ^{222}Rn , що виділяється з гірських порід, які оточують водне джерело, а також за рахунок ^{226}Ra , розчиненого у воді.

2.5 Активність ^{222}Rn вимірюється у воді колодязів та артезіанських свердловин при їх використанні для господарсько-питного водопостачання. Кожне джерело (свердловина чи група свердловин, що використовуються одночасно) повинно мати документ, що характеризує радіаційну безпеку води, форма якого регламентується Міністерством охорони здоров'я України.

3 Засоби виміру та устаткування

3.1 Засоби виміру:

3.1.1 Спектрометр енергій гамма - випромінювання, до складу якого входять:

- напівпровідниковий блок детектування;
- пасивний низкофоновий захист детектора;
- стабілізований блок живлення;
- персональний IBM-сумісний комп'ютер із принтером;
- спектрометричний процесор або АЦП у конструктиві IBM;
- програмне забезпечення.

3.1.2 Технічні характеристики спектрометра:

- діапазон енергій, що реєструються, Мев0,1 - 3,0

- енергетична роздільна здатність по лінії 0.661 Мев, %.....<1
 - інтегральна нелінійність,%.....<1
 - максимальне вхідне навантаження, с⁻¹.....≤10⁴
 - мінімально вимірювана активність при зовнішньому фоні 15мкР/год при експозиції
1 година в банці 1 дм³, Бк по ²²⁶Ra.....≤6,0
 - число каналів аналізатора, не менш.....4096
 - час встановлення робочого режиму, хв.....30
 - час безупинної роботи, година.....24
 - живлення.....220V, 50 Гц
 - споживана потужність, Вт.....250
- 3.2 Устаткування:
- скляна банка 1 дм³;
 - гумовий шланг;
 - металева кришка з ущільненням;
 - закривальний ключ;
 - ємність 10 л (відро).

4 Підготовка лічильного зразка

- 4.1 Для спектрометричного вимірювання об'ємної активності ²²²Rn відбір проб води проводиться таким чином, щоб звести його втрати до мінімуму.
- 4.2 Помістити літрову банку в ємність.
- 4.3 Гумовий шланг приєднати до крана з водою, інший його кінець опустити на дно банки.
- 4.4 Злегка відкрити кран, щоб струмок води стікав на дно банки повільно і без бурління, для уникнення барботування води пухирцями повітря.
- 4.5 Коли банка наповниться доверху і вода почне переливатися через край у ємність, дочекатися заповнення останньої на 10-20 см вище рівня горлечка банки.
- 4.6 Обережно під водою закрити банку кришкою, підводячи кришку збоку горлечка, потім витягти банку з ємності і швидко закрутити кришку ключем.
- 4.7 Для запобігання витоку радону через кришку банку з водою перевернути кришкою вниз («униз головою»).
- 4.8 Проба з водою повинна бути доставлена в лабораторію в максимально можливо короткий термін. В акті відбору обов'язково вказується час відбору. При транспортуванні уникати струшування.
- 4.9 Закрита літрова банка з пробною водою встановлюється у свинцевий захист спектрометра гамма-випромінювань, що має відповідне калібрування на дану геометрію.

4 Вимір і розрахунок об'ємної активності ²²²Rn

- 5.1 Виміри проводяться згідно "Інструкції з експлуатації напів-провідникового гамма-спектрометра".
- 5.2 Значення питомої активності та відповідні їм похибки визначаються відповідно до «Методики виміру гамма-випромінюючих радіонуклідів або активності проб, що містить суміш радіонуклідів з використанням атестованого гамма-спектрометра» (МВВ 4/86).
- 5.3 Питома активність ²²²Rn визначається за гамма-випромінюванням його дочірніх радіонуклідів ²¹⁴Pb і ²¹⁴Bi і перераховується на момент відбору проби:

$$A_{\text{вим}}^{\text{Rn}} = A_{\text{вим}}^{\text{Pb, Bi}} \cdot e^{-\lambda t}, \quad \Delta A_{\text{вим}}^{\text{Rn}} = \Delta A_{\text{вим}}^{\text{Pb, Bi}} \cdot e^{-\lambda t}, \quad \text{де}$$

λ – постійна розпаду ²²²Rn ($7,55 \cdot 10^{-3}$ год⁻¹);

t (год) – час, що пройшов з моменту відбору проби води до її виміру.

7 ПІДГОТОВКА ТА ПРОВЕДЕННЯ ВИМІРЮВАНЬ ПІСЛЯ РАДІО-ХІМІЧНОГО АНАЛІЗУ ТА ВИМОГИ ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

7.1 Підготовку низькофонової установки, яка складається з детектору α - або β -часток, реєструючого приладу та джерела живлення, до роботи та виведення її на робочий режим здійснюють згідно інструкції по експлуатації приладу, а також методичним вказівкам з радіометричних вимірювань радіоактивних препаратів.

7.2 Після підготовки установки до роботи проводимо по 2 вимірювання швидкості лічення фона та швидкості лічення контрольного джерела.

7.3 Оцінку придатності одержаних результатів вимірювання (V_i) проводимо шляхом порівняння їх з допустимим інтервалом, в якому можуть бути включені очікувані значення:

$$\bar{N} - 2,26S_N < N_i < \bar{N} + 2,26S_N, \quad (7.1)$$

де \bar{N} – встановлене раніше значення середньої швидкості лічення фона установки чи контрольного джерела при 10 вимірюваннях;

2,26 – коефіцієнт з табл. Ст'юдента для 10 вимірювань (ГОСТ 8.207-74);

S_N – середнє квадратичне відхилення результатів вимірювання фона чи контрольного джерела, яке дорівнює:

$$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (N_i - \bar{N})^2}{n-1}} \quad (7.2)$$

Якщо значення N_i виходять за межі, що визначаються формулою (7.1), то треба провести додаткові 10 вимірювань, з'ясувати причини відхилення від встановлених середніх значень та усунути їх. Якщо значення N_i знаходяться в допустимому інтервалі, то використовуємо знайдені згідно п. 7.3 значення середнього фону та контрольного джерела.

7.4 Після перевірки фону та швидкості лічення від контрольного джерела досліджуваній зразок поміщають в установку та оцінюють за 1-2 хвилини швидкість рахунку (N) 1 раз.

7.5 Час вимірювання досліджуваного зразка для ймовірності $P=0,95$ визначаємо за формулою:

$$t = \frac{U^2 10^4 (N + 2\bar{N}_\phi)}{N^2 \delta^2}, \quad (7.3)$$

де U^2 – коефіцієнт, для $P=0,95$ дорівнює 1,98;

N – раніше одержане значення швидкості рахунку від проби, імп. · с⁻¹;

δ – відносна статистична похибка вимірювання проби, ≤ 30 %.

7.6 Швидкість лічення досліджуваної проби вимірюємо не менше трьох разів. Розраховуємо середню швидкість лічення за формулою:

$$N_n = \frac{\sum(N_{n+\phi} - N_\phi)}{n}, \quad (7.4)$$

де $N_{n+\phi}$ – швидкість рахунку зразка з фоном, імп. · с⁻¹;
 N_ϕ – середня швидкість рахунку фона установки, імп. · с⁻¹;
 n – кількість вимірювань.

7.7 Активність на 1 кг (л) води розраховуємо за формулою:

$$A_n = \frac{\bar{N}_n}{P_0 \cdot a \cdot \eta} \text{ [Бк} \cdot \text{кг}^{-1} \text{]} \quad (7.5)$$

де \bar{N}_n – швидкість рахунку зразка, імп. · с⁻¹;
 P_0 – вага проби, яку взяли на аналіз, кг;
 η – ефективність реєстрації установки, яка визначається при градуюванні приладу, імп. · Бк⁻¹ · с⁻¹;
 a – хімічний вихід, долі одиниці;

7.8 Визначення похибки результатів вимірювання.

Для визначення похибки результатів вимірювання активності знаходять відносну статистичну похибку вимірювання зразка для ймовірності P=0,95 за формулою:

$$\delta_{cn} = \frac{2 \cdot 100}{\bar{N}_n} \sqrt{\frac{\bar{N}_n + \bar{N}_\phi}{t_n} + \frac{\bar{N}_\phi}{t_\phi}}, \quad (7.6)$$

де \bar{N}_n, \bar{N}_ϕ – середня швидкість рахунку від зразка та фону відповідно, імп. · с⁻¹;
 t_n, t_ϕ – термін часу лічення зразка та фону.

Потім із паспорта установки чи свідоцтва про метрологічну атестацію беремо значення нестабільності роботи прибору ($\delta_n(P,t)$ %) та із паспорта зразкового препарату чи свідоцтва на зразок для атестації, який приготували із зразкового радіоактивного розчину, θ_0 % – значення статистичної похибки (додаток Г).

Значення відносної основної похибки знаходять за формулою:

$$\delta_{0(P)} = \theta_0 + \sqrt{\delta_{n(P,t)}^2 + \delta_{cn(P)}^2} \quad (7.7)$$

Значення абсолютної основної похибки вимірювання активності знаходимо за формулою:

$$\sigma_0 = \frac{\delta_{0(P)}}{100} \cdot A_n \quad (7.8)$$

Результат вимірювання радіоактивності зразка записуємо у вигляді:

$$A \pm \sigma_{0(P)} = A \pm \frac{\delta_{0(P)}}{100} \cdot A \quad (7.9)$$

7.9 Контроль ретельності вимірювань забезпечується:

- вчасною перевіркою стандартизованих засобів вимірювань;
- атестацією нестандартизованих засобів вимірювань;
- використанням стандартних зразків (з паспортом) чи сумішей для атестації, приготовлених згідно ГОСТ 8.505-84 та МІ 858-95;
- контролем роботи вимірювальної установки;
- виконанням усіх методичних рекомендацій при проведенні хімічного аналізу;
- використанням реактивів та посуду згідно ГОСТ, СМ та ТУ.

7.10 Вимоги техніки безпеки.

7.10.1 Вимоги до радіаційної безпеки в лабораторіях III класу робіт (згідно Основних санітарних правил) виконуються згідно інструкції з радіаційної безпеки, яка має бути в лабораторії.

7.10.2 Роботи з концентрованими кислотами та аміаком також виконуються згідно інструкції з техніки безпеки при роботі з цими хімічними речовинами.

7.10.3 До виконання хімічних операцій при використанні радіохімічних методик, а також вимірювань бета-активності на радіометричній установці допускаються спеціалісти з кваліфікацією лаборанта-хіміка чи інженера-хіміка, які пройшли інструктаж по роботі з радіоактивними речовинами та здали екзамен з техніки безпеки.

8 ВИЗНАЧЕННЯ ВІДПОВІДНОСТІ ЯКОСТІ ВОДИ АРТЕЗІАНСЬКИХ СВЕРДЛОВИН ДО ВИМОГ РАДІАЦІЙНОЇ БЕЗПЕКИ

8.1 При використанні води артезіанських свердловин для господарського та питного водопостачання або реалізації води артезіанських та інших джерел через торгову мережу кожне джерело (свердловина або група свердловин, які використовуються одночасно) повинні мати паспорт радіаційної якості води. Рівні дії природних радіонуклідів в джерелах господарського та питного водопостачання, визначає НРБУ-97 (Див. Таблиця 8.1).

Таблиця 8.1. - Рівні дії природних радіонуклідів у джерелах господарського та питного водопостачання, та рівні чутливості методів їх визначення

Радіонуклід	Рівень дії, Бк·кг ⁻¹	¹ МДА, Бк·кг ⁻¹	Випромінювання ²
²²² Rn	100	10	α, ДПР - β та γ
Уран (природна суміш)	1	0.1	α, ДПР - β
²²⁶ Ra	1	0.1	α, ДПР - β та γ
²²⁸ Ra	1	0.1	β, ДПР - β

8.2 Вода артезіанських свердловин, якість якої не відповідає встановленим нормативам, не може використовуватись для господарсько-питного водозабезпечення. Обґрунтування можливих способів доведення якості води до існуючих гігієнічних регламентів проводиться їх власником за узгодженням з органами Держсанепідслужби відповідно до встановленого порядку. При впровадженні засобів та заходів покращення якості води артезіанських свердловин їх власник проводить повторні дослідження якості води за радіаційним фактором.

¹ Чутливість методів випромінювання не гірше

² Мова йде про методи випромінювання з високим квантовим виходом

8.3 Зниження вмісту природних радіонуклідів в воді ґрунтується для радону на застосуванні аерації або активованого вугілля, для радію – на заміні та розбавленні води, застосування природних та синтетичних цеолітів, фільтрувальних систем на основі зворотного осмосу; урану – на застосування очистки подібної до очистки від заліза, яка включає аерацію та фільтрацію, зворотний осмос.

ДОДАТКИ

Додаток А (обов'язковий)

В. Побудова кривої гасіння - залежності ефективності від гасіння проби.

1. Використовувати відповідний об'єм розчину азотнокислого уранілу, ^{226}Ra або ^{228}Ra , що дає достатню активність щоб забезпечити статистичну похибку вимірювання в декілька відсотків за час вимірювання 20 хвилин. Провести серію (6-8) вимірювань зразків кожний раз додаючи в зразки гасник у кількості, що відповідає зсуву спектру (за показником SQP(E), див. інструкцію з експлуатації спектрометра) на 15-20 каналів.
2. Щоразу перед вимірюванням слід закривати пляшечки і струшувати їх старанно протягом 10-20 секунд. Витерти пляшечки спиртом та висушити паперовим рушником.
3. Перевірити стабільність та функціональність РС спектрометра до вимірювань набору стандартів та зразків. Ця процедура включає: вимірювання фону, тритієвого та радіовуглецевого калібрувального зразків, які входять до складу спектрометра. Використовувати при цьому електронну таблицю. Потім порівняти швидкості лічення та ефективності реєстрації зразків з отриманими раніше при тестуванні приладу.
6. Провести вимірювання фонові проби, яка приготовлена аналогічно стандартним пробам, і самі стандартні проби протягом 30 хвилин або до досягнення прийнятної статистики вимірювань в області інтересу. Записати відповідний діапазон.
7. Визначити чисту швидкість лічення кожної проби, віднявши від отриманої швидкості лічення у вікні відповідне фонове значення.
8. Визначити ефективність реєстрації (Eff) для кожного зразка, розділивши його швидкість лічення (CPM) на відповідну активність в пляшечці (DPM). Провести крім того оцінку невизначеності (Eff) для кожної пляшечки.
9. Побудувати криву залежності ефективності (Eff) від SQP(E).
10. Визначити коефіцієнти кривої, яка найкращим чином описує експериментальні дані. Записати відповідні коефіцієнти, які згодом можна буде використовувати для визначення ефективності реєстрації в аналітичних пробах.

Примітка: Перевірити криві ефективності застосовуючи їх для штучно загашених калібрувальних зразків. Перевіряти криві ефективності щорічно і проводити обчислення їх кожний раз, коли проводяться заміни відповідальних вузлів обладнання.

Додаток Б (обов'язковий)

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ

1. Амоній вуглекислий одноводний, насичений розчин. 755 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
2. Амоній шавлевокислий, 2%-ний розчин. 20 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
3. Амоній оцтовокислий, 3N водний розчин. 231 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
4. Барій хлористий 2-водний, водний розчин, 30 мг·см⁻³ по барію. 53,4 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
5. Залізо хлорне 6-тиводне, водний розчин, 10 мг·см⁻³ по залізу. 48 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
6. Ітрій азотнокислий, водний розчин, 25 мг·см⁻³ по ітрію. 107,7 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
7. Кислота азотна, водний розчин, 6N. Розвести концентровану азотну кислоту дистильованою водою до щільності 1,190.
8. Кислота соляна, 6N. Концентровану соляну кислоту розводимо дистильованою водою до щільності 1,096.
9. Кислота соляна, 1N. Розбавляємо 85 см³ концентрованої HCl ч.д.а. до 1000 см³ дистильованою водою.
10. Кислота шавлева, насичений розчин. 100 г кислоти розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
11. Кислота шавлева, 8% розчин. 80 г кислоти розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
12. Кислота шавлева, 1% розчин. 10 г кислоти розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
13. Кислота оцтова, 6N розчин. 350 см³ льодяної оцтової кислоти розбавляємо до 1000 см³ дистильованою водою.
14. Калій йодноватокислий, 10% розчин в 6N азотній кислоті. 100 г солі розчиняємо в 1000 см³ 6N HNO₃.
15. Калій йодноватокислий, 0,5% розчин в 6N азотній кислоті. 50 г солі розчиняємо в 1000 см³ 6N HNO₃.
16. Калій фосфорнокислий однозаміщений, 10% розчин. 100 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
17. Калій фосфорнокислий двозаміщений, 10% розчин. 100 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
18. Натрій хромовокислий 10-ти водний, 3N водний розчин. 342,15 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
19. Стронцій азотнокислий, водний розчин, 50 мг·см⁻³ по стронцію. 17,26 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
20. Стронцій хлористий 6-ти водний, водний розчин, 50 мг·см⁻³ по стронцію. 21,74 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
21. Цезій оцтовокислий, водний розчин, 20 мг·см⁻³ по цезію. 29,34 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.
22. Церій азотнокислий, 6-ти водний розчин, водний розчин 20 мг·см⁻³ по церію. 61,98 г солі розчиняємо в 1000 см³ дистильованої води.

Додаток В (обов'язковий)

ОДЕРЖАННЯ АМІАКУ БЕЗ ВУГЛЕЦЮ

1. Перший варіант.

- 1.1. 50 г азотнокислого кальцію розчиняють в 300 см³ дистильованої води та додаємо 20%-ний розчин гідроокису натрію.
 - 1.2. Одержаний осад і розчин залишаємо на 24 години.
 - 1.3. Осад відфільтровуємо на воронці з фільтром “біла стрічка”, промиваємо 3-4 рази по 50 см³ аміачною водою (1:10).
 - 1.4. Осад переносимо в стакан, додаємо дистильовану воду до 600 см³, струшуємо 5 разів за день та залишаємо відстоюватися.
 - 1.5. 200 см³ освітленого розчину доливаємо до 800 см³ концентрованого аміаку і залишаємо на 4 доби.
 - 1.6. Аміак без вуглецю готовий до використання.
2. Другий варіант.
- 2.1. В ексикатор наливаємо концентрований аміак.
 - 2.2. На підставку в ексикатор ставимо стакани з прокип'яченою водою.
 - 2.3. Через 3 доби аміак без вуглецю є готовий.
3. Третій варіант.
- Метод заснований на здатності аніоніту АВ-17 в ОН-формі поглинати з розчину аміаку аніони вугільної кислоти.
- 3.1. Збирають установку, яка складається з колонки хроматографічної з аніонітом АВ-17 в ОН-формі (0,25-0,5 мм) висотою робочої частини 150 мм, внутрішнім діаметром 10-12 мм та колби Бунзена з хлоркальцієвою трубкою, наповненою аскарітом.
 - 3.2. Пропускаємо крізь хроматографічну колонку розчин аміаку із швидкістю частих крапель (можливо і під вакуумом).
 - 3.3. Для перевірки чистоти одержаного аміаку без вуглецю періодично відбирають невелику кількість (~ 10 мл) аміаку і додають баритову воду.
 - 3.4. Якщо проба змутніла, треба зменшити завантаження колонки.

Додаток Г (обов'язковий)

ВИМІРЮВАННЯ РАДІОАКТИВНОСТІ: СТАБІЛЬНІСТЬ ОБЛАДНАННЯ, ЧУТЛИВІСТЬ, УЗАГАЛЬНЕНИЙ КОЕФІЦІЄНТ ЯКОСТІ ВИМІРЮВАНЬ

Загальні принципи

Будь-який результат кількісного вимірювання радіоактивності можна представити формулою:

$$A = E \cdot N, \quad (1)$$

де

A - активність препарату, Бк;

N - вимірювана на приладі величина, звичайно швидкість лічення імпульсів, імп.·хв⁻¹, імп.·с⁻¹;

E - ефективність реєстрації (перерахунковий чи градувальний коефіцієнт), Бк (імп.·хв⁻¹)⁻¹, Бк (імп.·с⁻¹)⁻¹.

Основна задача радіометрії — правильно і з достатнім ступенем точності визначити в кожному конкретному випадку величину ефективності - E. Її можна визначити двома методами: абсолютним і відносним.

При абсолютних вимірах детектор повинен мати властивість реєструвати всі частки, що випускаються джерелом у тілесному куті 4π, або необхідним є введення набору уточнень, що враховують долю часток, які втрачаються поза чутливим об'ємом детектора.

До детекторів, що дозволяють вимірювати бета-радіоактивність по першому принципу, відносяться 4π пропорційні газо-проточні лічильники, рідинні (деякі пластмасові) сцинтиляційні лічильники, де вимірюваний зразок вводять безпосередньо в сцинтилятор, торцеві лічильники.

Суть відносного методу полягає в тому, що активність вимірюваного зразка визначають порівнянням зі зразковим джерелом, ідентичним даному зразку (по товщині шару, у мг·см⁻², розмірах і енергетичному спектру) і вимірюваним в однакових умовах. По такому джерелу градуують радіометр, тобто визначають ефективність реєстрації - E, що зв'язує активність препарату з даним спектром випромінювання і швидкість лічення його на цьому радіометрі.

Контроль стабільності обладнання

При вимірюванні радіоактивності препарату може бути отриманий неправильний результат внаслідок неконтрольованих змін у режимі роботи обладнання: зміна ефективності лічильника, нестабільність порогу дискримінації імпульсів, забруднення, поява помилкових імпульсів за рахунок наведень, розрядів і ін.

При цьому деякі причини нестабільності однаково проявляються при великих і малих швидкостях лічення (нестабільність ефективності реєстрації), інші впливають значно сильніше при малих швидкостях лічення (електричні перешкоди). Для повної впевненості в тому, що радіометр не реєструє помилкових імпульсів і стабільність його роботи задовільна, необхідний періодичний контроль стабільності.

Для об'єктивної оцінки стабільності радіометра використовують статистичні критерії, зокрема χ^2 - тест. З цією метою проводять 10—20 вимірювань препарату за рівні проміжки часу. Для виявлення обох вказаних вище типів нестабільності вимірювання проводять при великій швидкості лічення (вимірювання зразкового джерела) і при малій швидкості лічення (вимірювання фону). Тривалість окремого вимірювання вибирають, виходячи з необхідної точності результатів. При вимірюваннях зразкового джерела бажано, щоб статистична похибка вихідного вимірювання не перевищувала 1% (число полічених імпульсів у кожному вимірюванні повинно бути більше 10000), а при вимірюванні фону—10% (більш 100 імпульсів за кожне вимірювання).

Отримані результати обробляють у такий спосіб. Знаходять величину середнього числа імпульсів для обох груп:

$$\bar{N} = \frac{\sum_{j=1}^n N_j}{n}, \quad (2)$$

де n — число вимірювань; N_j — швидкість лічення j вимірювання, імп.·хв⁻¹.

Визначають експериментальне значення величини χ^2 :

$$\chi_{\text{експ}}^2 = \frac{\sum_{j=1}^m (N_j - \bar{N})^2}{\bar{N}}, \quad (3)$$

Цю величину порівнюють з теоретичними значеннями χ^2 - для 90% довірчого рівня:

$\chi^2_{\text{теор.}}$	n
14,7	10
21,1	15
27,2	20

Якщо $\chi_{\text{експ}}^2 < \chi_{\text{теор}}^2$, то з імовірністю 90% можна стверджувати, що радіометр працює стабільно.

Якщо $\chi_{\text{експ}}^2 > \chi_{\text{теор}}^2$, то радіометр працює нестабільно. У цьому випадку необхідно виявити й усунути причини цієї нестабільності.

Якщо нестабільність виявляється при вимірюваннях зразкового джерела, то варто звернути увагу на стабільність роботи високовольтного джерела живлення і перерахункового приладу (фотоелектронного перетворювача): можливо необхідні їхні ремонт і заміна.

Причинами нестабільності радіометра при вимірюваннях фону можуть бути погані контакти, недостатньо якісне заземлення радіометра чи перешкоди, що надходять в установку через електричну мережу. В останньому випадку може виявитися корисним включення установки в мережу через стабілізатор живлення або мережений фільтр.

Після усунення причин нестабільності проводять нову серію вимірювань для перевірки роботи радіометра.

При використанні χ^2 - тесту варто пам'ятати, що він дозволяє встановити тільки сам факт нестабільності роботи установки, але не дає можливості кількісно оцінити її. Крім того, ймовірність виявлення нестабільності залежить не тільки від її величини, але і від точності самої перевірки, тобто від точності кожного проведеного вимірювання і їх числа. Строгих методів визначення величини нестабільності роботи установки не існує. Однак з достатньою для практичних цілей точністю, використовуючи результати серії вимірювань за однакові проміжки часу, її можна оцінити в такий спосіб.

Стандартну похибку вимірювань визначають двома способами:

$$\sigma_1 = \sqrt{\bar{N}}, \quad (4a)$$

$$\sigma_2 = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N_j - \bar{N})^2}{n-1}} \quad (46)$$

Величина σ_2 , як правило, буває більше σ_1 , тому що σ_1 характеризує розкид результатів окремих вимірювань за рахунок статистичної природи процесу радіоактивного розпаду ядер, а σ_2 характеризує реальний розкид результатів вимірювань, що залежить крім зазначеного фактора також і від стабільності реєструючої апаратури.

Якщо вважати, що статистична похибка і похибка за рахунок нестабільності апаратури складаються квадратично (це твердження не є строгим), то можна оцінити величину відносної похибки нестабільності апаратури:

$$\sigma_{\text{нест}} = \sqrt{(\sigma_2^2 - \sigma_1^2)} \cdot 100 / \bar{N} \quad (5)$$

Якщо оцінена в такий спосіб похибка незначна в порівнянні з необхідною точністю вимірювань, то радіометром можна користуватися, незважаючи на наявність нестабільності його роботи.

МВА і похибка вимірювань

Мінімальна активність (МВА), вимірювана радіометричними і спектрометричними приладами, залежить від їхньої ефективності реєстрації, величини і стабільності фону, кількості досліджуваного матеріалу, що може вводитися в їхній чутливий об'єм (детектор).

Найменшу питому активність досліджуваного матеріалу визначають, для вимірювань при заданих t і δ , по формулі:

$$MBA = \frac{1 + \sqrt{1 + 8N_{\phi}t\delta^2}}{2t\delta^2 P\mu} E \quad (6)$$

де МВА—найменша питома активність матеріалу, Бк·кг⁻¹;

σ - коефіцієнт концентрування;

P- маса проби, кг;

t- час вимірювання проби, хв.;

μ - відносна похибка, з якою необхідно провести вимірювання;

N_{ϕ} - швидкість лічення фону, имп.·хв⁻¹;

E- ефективність реєстрації (градувальний коефіцієнт), Бк.(имп.·хв⁻¹)⁻¹.

Похибку вимірювання, пов'язану зі статистичним характером радіоактивного розпаду, можна визначити по формулі:

$$\delta = \sqrt{\frac{N_{np} + N_{\phi}}{t_{np}} + \frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}}, \quad (7)$$

де, t_{np} і t_{ϕ} - час вимірювання препарату і фону, хв.;

N_{np} і N_{ϕ} — швидкість лічення препарату і фону, имп.·хв⁻¹.

Узагальнений коефіцієнт якості радіометричних вимірювань

Відомо, що основними вимірюваними характеристиками радіометричного приладу є ефективність реєстрації випромінювання - E і швидкість лічення фону - BG . Для оцінки показників якості приладу і/чи для кількісного порівняння якості двох різних приладів призначених для вирішення однієї і тієї ж вимірювальної задачі часто використовують узагальнений коефіцієнт якості радіометричних вимірювань. Існує два різних визначення:

$$FOM = \frac{E^2}{BG}, \quad (8)$$

та

$$FM = \frac{E}{\sqrt{BG}}, \quad (9)$$

Звичайно для розрахунку FOM і FM використовують значення ефективності, виражені у відсотках (%), а фону в імпульсах за хвилину (CPM) (count per minute). Склалося так, що вираз FOM використовується частіше. Слід зазначити, що оскільки більшість вимірювань, що проводяться, відрізняються, у загальному випадку, по об'єму використовуваного матеріалу досліджуваного зразка (внесеного в кювету для вимірювань використання кювети різного розміру чи використовувана проба концентрується при складній процедурі підготовки) у формулу для вираження FOM чи FM вносять об'єм проби - V . Тоді модифікований вираз для FOM виглядає так:

$$FOM_V = \frac{V^2 \cdot E^2}{BG}, \quad (10)$$

У той же час, якщо порівнювані прилади використовуються в зовсім однакових умовах - рахунковий зразок ідентичний доцільно використовувати формулу (8) для визначення FOM .

ПЕРЕЛІК ЛІТЕРАТУРИ

1. Руководство ИСО/МЭК № 2 (п.п.13.1, 13.2, 13.5).
2. Общие термины и определения в области стандартизации и смешанных видов деятельности. Стандартизация продукции. Международные стандарты и руководство ИСО/МЭК в области сертификации и управления качеством.
3. Норми радіаційної безпеки України (НРБУ-97): Державні гігієнічні нормативи / МОЗ України. – К., 1997. – 125с.
4. ГОСТы по отбору проб пищевых продуктов.
5. Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды / Под ред. А.Н. Мареев и А.С. Зыковой. – М., 1989. Утв. Главный государственный санитарный врач СССР – П.В. Бургасов.
6. Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах окружающей среды. Под общей редакцией А.Н. Мареев и А.С. Зыковой. Москва, 1980. 336 с.
7. R. Rusconi, M. Forte, G. Abbate, R. Gallini, G. Sgorbat, Natural radioactivity in bottled mineral waters: A survey in Northern Italy, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Volume 260, Issue 2, 2004, Pages 421 – 427
8. Maurizio Forte, Rosella Rusconi, Elisabetta Di Caprio, Silvia Bellinzona and Giuseppe Sgorbati. Natural radionuclides measurements in drinking water by Liquid scintillation counting. Methods and results. In press.
9. W.J. McDowell, "Alpha Liquid Scintillation Counting; Past, Present and Future," in Liquid Scintillation Counting, Recent Applications and Developments, C.T.Peng, D.L.Horrocks, and E.L.Alpen, Eds., pp 315-346, Academic Press, New York (1974).
10. W.J. McDowell, "Alpha Counting and Spectrometry Using Liquid Scintillation Methods," p 43, NAS-NS-3116, Technical Information Center, U.S. Dept. of Energy, P.O. Box 62, Oak Ridge, TN 37831 (1986).
11. W. J. McDowell and Betty L. McDowell. The Growth of a Radioanalytical Method: Alpha Liquid Scintillation Spectrometry. In Liquid Scintillation Spectrometry 1992, edited by I. E. Noakes, F. Schonhofer and H.A. Polach. RADIOCARBON 1993, pp. 193-200.
12. W.J. McDowell, "Alpha Liquid Scintillation Counting; Past, Present and Future," in Liquid Scintillation Counting, Recent Applications and Developments, C.T.Peng, D.L.Horrocks, and E.L.Alpen, Eds., pp 315-346, Academic Press, New York (1974).
13. Экспресний метод измерение содержания радона-222 и радия-226 в воде на основе экстракции и жидкостно-сцинтилляционного счета / Бузынний М.Г., Лось И.П., Грегуль В.В. // Методы жидкостно-сцинтилляционного счета в радиозекологии, 1995. Вып.1. Сб. / Науч. центр радиац. медицины АМН Украины.- Киев, 1996. С. 22-27. - Рус. - Деп. в ГНТБ Украины 22.01.96, №341 -Ук96
14. Sushil K. Gupta, Henry A. Polach. Radiocarbon Dating Practices at ANU. Handbook. Radiocarbon laboratory, Research School of Pacific Studies. ANU, Canberra, 1985. - 174 p.
15. Schonhofer F. Determination of Sr-90 by ultra low level liquid scintillation counting: Inform. letter / Wallac Oy. - Turku: Finland, 1989. - 5 p.