



НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ДОЗА»

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
СУММАРНОЙ АЛЬФА- И БЕТА-АКТИВНОСТИ ВОДНЫХ ПРОБ
(ПРЕСНЫЕ ПРИРОДНЫЕ ВОДЫ ХОЗЯЙСТВЕННО-ПИТЬЕВОГО
НАЗНАЧЕНИЯ) ПОСЛЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ
АЛЬФА-БЕТА РАДИОМЕТРОМ УМФ-2000**



Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт
физико-технических и радиотехнических измерений»



ФГУП ВНИИФТРИ

141570 Московская обл., Солнечногорский р-н,
п/о Менделеево

Телефон: (095) 535-24-01, факс (095) 535-93-34
Телетайп: «МЕРА» 205260, E-mail: office @ vniiftri. ru,
director @ vniiftri. ru, WWW. vniiftri. ru

№ _____

На № _____ от _____

СВИДЕТЕЛЬСТВО № SARC 13.1.001-05/97
о метрологической аттестации МВИ.

Методика выполнения измерений (МВИ) суммарной альфа- и бета-активности водных проб (пресные природные воды хозяйственно-питьевого назначения) после концентрирования альфа-бета радиометром УМФ-2000, разработанная НПП «ДОЗА», по результатам переработки документа «Методика выполнения измерений суммарной альфа- и бета-активности водных проб с помощью альфа-бета радиометра УМФ-2000» и изложенная в документе «Методика выполнения измерений суммарной альфа- и бета-активности водных проб альфа-бета радиометром УМФ-2000» аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р 8.594.

Методика основана на сравнении с помощью радиометра УМФ-2000 скорости счета альфа- и бета-излучения счетного образца, полученного концентрированием радионуклидов из объема водной пробы методом упаривания до сухого остатка, со скоростью счета аттестованного образца сравнения и расчете суммарной альфа- и бета-активности пробы.

Неопределённость измерений определяется при их выполнении.

Нижний предел измерений по альфа-активности 0,02 Бк/л, по бета-активности 0,1 Бк/л, и при регламентированных в методике условиях полная неопределённость измерений не превышает 60% (для $P = 0,95$).

Аттестация выполнена по результатам метрологической экспертизы материалов по переработке МВИ и результатам контрольных измерений.

Дата аттестации: 11 мая 2005

Директор ЦМИИ ГНМЦ «ВНИИФТРИ»

Эксперт, начальник лаборатории



В.П. Ярина

Ю.В. Пермяков

Содержание

1	Назначение и область применения	3
2	Метод измерений	3
3	Средства измерений и оборудование	6
4	Подготовка счетных образцов	7
5	Подготовка радиометра	7
6	Проведение измерений	7
7	Обработка результатов измерений	7
8	Форма представления результатов	8
9	Требования безопасности	9
10	Требования к квалификации персонала	9
11	Обеспечение качества измерений	9
	Библиография	10

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методика предназначена для измерения суммарной альфа- и бета-активности водных проб (пресные природные воды хозяйственно-питьевого назначения) после концентрирования альфа-бета радиометром УМФ-2000, с целью сравнения полученного результата с контрольными уровнями для питьевой воды (0,2 Бк/л для альфа-излучателей и 1,0 Бк/л для бета-излучателей) согласно СанПиН 2.1.4.559-96 [1] и СанПиН 2.6.1.2523-09 [2].

Значение полной неопределенности результата измерений определяется расчетом по заданным соотношениям.

Нижний предел измерений по альфа-активности: 0,02 Бк/л, по бета-активности 0,1 Бк/л, при значении полной неопределенности 60 % для $P = 0,95$.

Целесообразно использование методики для относительных измерений активности вод одного и того же источника с целью выявления отклонений в уровнях активности относительно среднего нормального уровня.

2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на концентрировании радионуклидов из объема водной пробы методом упаривания до сухого остатка, измерении с помощью радиометра скорости счета альфа- и бета-излучения полученного остатка, сравнении со скоростью счёта образца сравнения с аттестованными значениями активности и расчёте суммарной альфа- и бета-активности пробы.

Суммарная активность - это условная активность счётного образца, численно равная активности регламентированного образца сравнения при одинаковых показаниях радиометра.

В данной методике в качестве образца сравнения для суммарной альфа-активности используется образец сульфата кальция с равными активностями радионуклидов Pu-239, Pu-242 и Pu-238, диапазон энергий которых приближенно совпадает с диапазоном энергий естественных альфа-излучателей. При использовании такого образца сравнения различий между измеренной суммарной альфа-активностью и реальной суммой активностей в образце не превышает 30 % при отсутствии влияния дочерних продуктов распада (ДПР) Rn-222.

В качестве образца сравнения для измерения суммарной бета-активности используется сульфат калия с радионуклидом K-40. При этом измерение суммарной активности имеет смысл только при фиксированной массе (или узком диапазоне масс) счетного образца, поскольку радиометр, отградуированный для произвольной массы, при наличии еще какого-либо бета-излучателя, кроме K-40, будет давать различающиеся значения активности для разных масс проб.

Фиксированную массу счетного образца следует выбирать, исходя из степени минерализации воды и требуемой чувствительности радиометра. Поскольку в воде присутствуют Pb-210, Ra-228, Th-234, Pb-212, Ac-227, максимальная энергия бета-излучения которых не превышает 600 кэВ, целесообразно выбирать массу счетного образца в пределах от 200 до 600 мг.

Наличие Ra-226 в пробе приводит к тому, что с течением времени после приготовления счетного образца его активность будет возрастать за счет накопления ДПР Rn-222. Чтобы уменьшить влияние ДПР образец после получения (последним этапом пробоподготовки является прокаливание образца) измеряют через 3÷10 ч.

Если необходимо провести еще раз измерение образца после хранения, следует повторить процедуру прокаливанию и измерение проводить также через 3÷10 часов после прокаливанию.

Измерения альфа- и бета-излучений от счетного образца в радиометре выполняются одновременно и проводятся следующим образом:

1) Проводятся три-пять измерений счетного образца каждое за время не менее 2000 с. Время экспозиции для всех измерений должно быть одинаковым. Дальнейшие расчеты идентичны для обоих каналов за исключением 5), 8).

2) Рассчитывают среднее значение счета $\langle N_{сч} \rangle$ за время t от счетного образца вместе с фоном по формуле

$$\langle N_{сч} \rangle = \frac{\sum_{i=1}^k N_i}{k} \quad (2.1)$$

где N_i - счет от i -го измерения;

k - число измерений.

3) На основе ранее проведенных измерений фона рассчитывают среднее значение фонового счёта (время измерения фона должно быть равно времени измерения счётного образца) по формуле

$$\langle N_{\phi} \rangle = \frac{\sum_{i=1}^l N_{\phi i}}{l} \quad (2.2)$$

где l - число измерений фона;

$N_{\phi i}$ - счёт от i -го измерения фона.

Для расчёта используется не менее трёх измерений фона, а при возможности, до 10. Полученное значение $\langle N_{\phi} \rangle$ используется для расчётов активности и других счётных образцов.

4) Рассчитывают среднее значение счёта от счётного образца без фона $\langle N_{\alpha} \rangle$ и $\langle N_{\beta} \rangle$ по формуле

$$\langle N \rangle = \langle N_{сч} \rangle - \langle N_{\phi} \rangle \quad (2.3)$$

5) Рассчитывают альфа- и бета-активность счётного образца в Бк для альфа-канала по формуле

$$A_{\alpha} = \frac{\langle N_{\alpha} \rangle}{t \cdot Eff_{\alpha}} \quad (2.4)$$

и для бета-канала

$$A_{\beta} = \frac{\langle N_{\beta} \rangle - \langle N_{\alpha} \rangle \cdot K_{tr}}{t \cdot Eff_{\beta}} \quad (2.5)$$

где $\langle N_{\alpha} \rangle$ - счёт для альфа-канала по формуле (2.3);

$\langle N_{\beta} \rangle$ - счет для бета-канала по формуле (2.3);

Eff_{α} , Eff_{β} - чувствительность к альфа- и бета-излучению, соответственно;

K_{tr} - коэффициент переноса альфа-счета в бета-канал.

6) Рассчитывают стандартное отклонение среднего значения счёта вместе с фоном $\sigma_{сч}$ по формуле

$$\sigma_{сч}^2 = \frac{1}{k \cdot (k-1)} \sum_{i=1}^k (N_i - \langle N_{сч} \rangle)^2 \quad (2.6)$$

7) Рассчитывают стандартное отклонение среднего значения фона σ_{ϕ} по формуле

$$\sigma_{\phi}^2 = \frac{1}{l \cdot (l-1)} \sum_{i=1}^l (N_{i\phi} - \langle N_{\phi} \rangle)^2 \quad (2.7)$$

8) Рассчитывают стандартную неопределённость U_{α} и U_{β} среднего значения счёта для альфа-канала по формуле

$$U_{\alpha} = \sqrt{(\sigma_{сч\alpha}^2 + \sigma_{\phi\alpha}^2)} \quad (2.8)$$

и для бета канала

$$U_{\beta} = \sqrt{(\sigma_{сч\beta}^2 + \sigma_{\phi\beta}^2 + \sigma_{сч\alpha}^2 \cdot K_{tr})} \quad (2.9)$$

где $\sigma_{сч\alpha}$ - стандартное отклонение среднего значения счёта вместе с фоном для альфа-канала;

$\sigma_{сч\beta}$ - стандартное отклонение среднего значения счёта вместе с фоном для бета-канала.

9) Рассчитывают абсолютную неопределённость измерения активности счётного образца для альфа-активности по формуле

$$U(A_{\alpha}) = \frac{2 \cdot U_{\alpha}}{t \cdot Eff_{\alpha}} \quad (2.10)$$

и для бета-активности

$$U(A_{\beta}) = \frac{2 \cdot U_{\beta}}{t \cdot Eff_{\beta}} \quad (2.11)$$

10) Объёмная суммарная альфа-активность в исходной пробе $A_{снр}$, Бк/л, и её абсолютная неопределённость $U_{снр}$ рассчитывается по формуле

$$A_{снр} = \frac{A_{\alpha}}{V} \cdot \frac{M}{m}, \quad (2.12)$$

$$U_{снр} = \frac{U(A_{\alpha})}{V} \cdot \frac{M}{m} \quad (2.13)$$

где V - объем исходной пробы, л;

M и m - масса выпаренного остатка пробы и масса аликвоты в кювете (масса счётного образца), г, соответственно.

Аналогично объёмная суммарная бета-активность $A_{\betaснр}$ и её неопределённость $U_{\betaснр}$ рассчитывается по формуле

$$A_{\betaснр} = \frac{A_{\beta}}{V} \cdot \frac{M}{m}, \quad (2.14)$$

$$U_{\betaснр} = \frac{U(A_{\beta})}{V} \cdot \frac{M}{m} \quad (2.15)$$

Полную относительную неопределённость измерения объёмной активности определяют для альфа- и бета-активности соответственно по формуле

$$u_{tot\alpha} = \sqrt{U_{\alpha}^2 + A_{\alpha}^2 (u_0^2 + u_d^2)}, \quad (2.16)$$

$$u_{tot\beta} = \sqrt{U_{\beta}^2 + A_{\beta}^2 (u_0^2 + u_d^2)} \quad (2.17)$$

где u_0 - неопределённость, связанная с градуировкой радиометра;

u_d - неопределённость методики пробоподготовки.

При определении полной неопределённости методики необходимо учесть неопределённость измерения объёма исходной пробы, взвешивания сухого остатка, потери при переносе сухого остатка, влияние ДПР Rn-222. Возможна дополнительная неопределённость при несоответствии нуклидного состава пробы и образца сравнения, однако корректный учет этой погрешности невозможен, поскольку нет информации о нуклидном составе пробы. Влияние радона и его дочерних продуктов распада можно устранить прокаливанием пробы. При соблюдении методических указаний по подготовке проб u_d не превышает 0,05 (5 %).

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ОБОРУДОВАНИЕ

Для выполнения измерений по данной методике необходимы следующие средства измерений:

- альфа-бета-радиометр для измерения малых активностей УМФ-2000 с контрольным источником, позволяющий выполнять измерение активностей счётных образцов диаметром до 30 мм с одновременным измерением альфа- и бета-активности;
- весы лабораторные аналитические типа ВЛР-200 по ГОСТ 19491-74, диапазон от 0 до 200 г, основная погрешность измерений 0,5 мг.

Все средства измерений должны быть поверены в установленном порядке, радиометр должен иметь аттестованные характеристики: Eff_{α} , Eff_{β} , K_{tr} , u_0 для диапазона масс счётных образцов от 100 до 300 мг.

При выполнении измерений по данной методике используется следующее вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

- комплект стандартных тарелочек-кювет диаметром 30 мм, глубиной 3 мм;
- спирт ректифицированный этиловый ТУ 6-09-1710 для удаления радиоактивного загрязнения с поверхностей устройства подачи счётных образцов, рабочей поверхности детектора, протирки тарелочек и др;

ВНИМАНИЕ! ПРИ ДЕЗАКТИВАЦИИ РАБОЧЕЙ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТЕКТОРА НЕОБХОДИМО СЛЕДОВАТЬ УКАЗАНИЯМ, ПРИВЕДЕННЫМ В РУКОВОДСТВЕ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ К РАДИОМЕТРУ.

- шпатель-лопатка для снятия сухих остатков из кювет;
- пинцет;
- протирочный материал (вата, марля, бязь);
- стеклянные бюксы с притертыми пробками или эксикатор для хранения гигроскопичных препаратов водных проб;
- фильтровальная бумага.

4 ПОДГОТОВКА СЧЁТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Подготовка счётных образцов к измерениям производится в соответствии с методическими рекомендациями [3]. Измеряемые параметры при пробоподготовке: V , M , m .

5 ПОДГОТОВКА РАДИОМЕТРА

Подготовка радиометра к работе выполняется в соответствии с руководством по эксплуатации [4].

После прогрева радиометра выполняют измерения фоновой скорости счета. Для этого измеряют фоновый счет по альфа- и бета-каналам одновременно в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации радиометра.

Затем проводят измерения контрольных источников. Рекомендуемое время измерения контрольного источника от 300 до 500 с. Скорость счёта от контрольного источника не должна отличаться от указанной в свидетельстве о поверке более чем на 10 %. В случае соответствия показаний радиометра паспортным данным по фону и контрольному счёту приступают к измерениям рабочих счётных образцов.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения счётных образцов выполняют в промежутке от 3 до 10 часов после прокаливания сухого остатка (когда влияние ДПР Rn-222 минимально).

Измерения проводят в режиме «АЛЬФА-БЕТА». Время измерения от 2000 до 5000 с. Фиксируется время измерения и счёт по альфа- и бета-каналам.

Через каждые 2-3 часа работы проводят одно измерение фона. Если периодические измерения фона не устанавливают отклонений от ранее измеренного более чем на величину статистического разброса, то можно пользоваться средними значениями фона, рассчитанными в начале работы и сократить число измерений фона до одного раза в сутки.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Обработка результатов измерений состоит в расчёте суммарных альфа- и бета-активностей пробы с учетом поправки на перенос.

По данным измерений счётного образца проводят расчет суммарной альфа- и бета-активности счётного образца по формулам (2.1) - (2.5) и неопределённости измерений активности счётного образца по формулам (2.6) – (2.11).

Объёмная суммарная альфа-активность в исходной пробе в Бк/л или Бк/кг рассчитывается по формуле (2.12), а объёмная суммарная бета-активность по формуле (2.14).

Абсолютную неопределённость измерения объёмной активности рассчитывают по формулам (2.13), (2.15) – (2.17).

8 ФОРМА ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ

Рекомендуется следующая форма представления результатов определения суммарной активности водных проб:

Протокол измерения суммарной альфа-бета-активности пробы воды № 01-05

Лаборатория _____
Номер пробы _____
Дата, условия отбора и объем _____
Метод консервации пробы _____
Масса сухого остатка пробы _____
Аликвота для измерений _____
Дата и время измерения _____
Время набора _____
Используемый радиометр _____
Значение Eff_{α} _____
Значение Eff_{β} _____

Результаты измерений

Счет фона для альфа-канала _____
Счет фона для бета-канала _____
Счет по альфа-каналу _____
Счет по бета-каналу _____
Объемная суммарная альфа-активность, Бк/л _____
Неопределённость измерения, % _____
Объемная суммарная бета-активность, Бк/л _____
Неопределённость измерения, % _____

Заключение

Измерение проводил: _____ « ____ » _____ 200 ____ г.

9 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности при лабораторных работах [5], [6] и правила техники безопасности, предусмотренные при работе с радиоактивными веществами [3].

При работе с электронной и высоковольтной аппаратурой должны соблюдаться правила работы с этими приборами [6].

При загрязнении детекторов радиоактивным материалом необходимо отключить радиометр от сети и выполнить дезактивацию загрязненных узлов детектора ватным тампоном, смоченным в спирте.

Пробоподготовка и очистка кювет от сухих остатков водных проб выполняется в вытяжном шкафу.

10 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПЕРСОНАЛА

К выполнению измерений допускаются специалисты с квалификацией не ниже техника (лаборанта). Наряду с инструктажем по работе с радиометрической и спектрометрической аппаратурой специалисты должны пройти обязательное обучение практическому применению данной методики.

11 ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Текущий контроль качества измерений осуществляется ежедневной проверкой постоянства характеристик радиометра с помощью контрольных источников. Проверка проводится по обоим каналам. Допустимое отклонение контрольной скорости счёта от паспортного значения - не более 10 %. Дополнительный контроль производится посредством измерения фона радиометра. Фон не должен превышать значения, указанного в руководстве по эксплуатации радиометра. В случае превышения предельного значения работу на радиометре следует прекратить до выяснения и устранения причины повышения фона.

БИБЛИОГРАФИЯ

1. Санитарные правила и нормы СанПиН 2.14.559-96. Госкомсанэпиднадзор России, Москва, 1996 г.
2. СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009). Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, Москва, 2009 г.
3. Подготовка проб природных вод для измерения суммарной альфа- и бета-активности. Методические рекомендации. ВИМС. Москва, 1997 г.
4. Альфа-бета-радиометр для измерения малых активностей УМФ-2000. Руководство по эксплуатации ФВКМ.412121.001РЭ.
5. Фомин Г.С. Вода, Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам. Справочник. Москва, Гостандарт России, 1995 г.
6. Межотраслевые правила по охране труда (Правила безопасности) при эксплуатации электроустановок ПОТ Р М-016-2001 (РД 153-34.0-03.150-00), Москва, 2001 г.

АВТОРЫ:

Ю.Н. Мартынюк - ведущий научный сотрудник
ЦММИ ФГУП ВНИИФТРИ.

А.Е. Бахур - начальник лаборатории изотопных
методов анализа ВИМС.