



НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ДОЗА»

СУММАРНАЯ АЛЬФА- И БЕТА- АКТИВНОСТЬ ВОДНЫХ ПРОБ

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ
АЛЬФА-БЕТА РАДИОМЕТРОМ УМФ-2000

Аттестована
ФБУ «ЦСМ Московской области»
Свидетельство № 01.00260-2014/2018-01/03

Регистрационный номер в
Федеральном информационном
фонде по обеспечению единства
измерений
ФР.1.38.2018.30404

Москва
2018

СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТЧИКЕ

РАЗРАБОТАНА	Общество с ограниченной ответственностью «Научно-производственное предприятие «Доза» (ООО НПП «Доза»)
Почтовый адрес	г. Москва, Зеленоград, Георгиевский проспект, д.5, этаж 2, комн. 49
Телефон	8 (495) 777-84-85
Директор	Нурлыбаев Алексей Кубейсинович

СВЕДЕНИЯ ОБ АТТЕСТАЦИИ

АТТЕСТОВАНА	ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Московской области (ФБУ «ЦСМ Московской области»)
Номер и дата выдачи аттестата аккредитации	№ 01.00260-2014 от 06 марта 2014 г.
Юридический и почтовый адрес	141570, Московская обл., Солнечногорский р-н, р.п. Менделеево
Руководитель	Васильева Ольга Валентиновна

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ

Номер свидетельства	№ 01.00260-2014/2018-01/03
Дата оформления	23.04.2018 г.

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ

Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений	ФР. <u>1.38.2018.30404</u>
--	----------------------------

Содержание

1	Назначение и область применения	4
2	Требования к показателям точности измерений	4
3	Средства измерений и оборудование	4
4	Метод измерений	5
5	Требования безопасности	9
6	Требования к квалификации операторов	9
7	Требования к условиям измерений	9
8	Подготовка счетных образцов	9
9	Подготовка радиометра	10
10	Порядок проведения измерений	10
11	Обработка результатов измерений	10
12	Оформление результатов измерений	11
13	Контроль точности результатов измерений	12
14	Литература	13

1 Назначение и область применения

Методика предназначена для измерения суммарной альфа- и бета- активности водных проб (пресные и минерализованные природные воды хозяйственно-питьевого назначения, сточные и промышленные воды) после концентрирования методом измерения активности сухого остатка альфа-бета радиометром УМФ-2000, с целью сравнения полученного результата с соответствующими нормативами [1], [2], [3].

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

2 Требования к показателям точности измерений

Значение расширенной неопределенности результата измерений определяется расчетом по заданным соотношениям.

Нижний предел измерений счетного образца для альфа- активности: 0,02 Бк, для бета- активности 0,1 Бк при значении расширенной неопределенности 60 % для $P = 0,95$. Верхний предел измерений для альфа- активности 1000 Бк, для бета- активности 3000 Бк при значении расширенной неопределенности 20 % для $P = 0,95$.

3 Средства измерений и оборудование

Для выполнения измерений по данной методике необходимы следующие средства измерений:

- альфа-бета-радиометр УМФ-2000 с контрольным источником позволяет выполнять измерение активностей счётных образцов диаметром до 40 мм с одновременным измерением альфа- активности 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, или аналогичные.

Все средства измерений должны быть поверены в установленном порядке, радиометр УМФ-2000 должен быть отградуирован с помощью аттестованных смесей, стандартных образцов или рабочих эталонов (см. п. 4).

При градуировке определяют следующие характеристики: чувствительность к альфа-излучению для различных масс счетного образца Eff_{α} , чувствительность к бета- излучению для различных масс счетного образца Eff_{β} , коэффициент переноса счета из альфа- канала в бета- канал $K_{\alpha\beta}$ для различных масс счетного образца. Рекомендуемый диапазон масс счетных образцов для градуировки 100 – 600 мг.

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

- комплект стандартных тарелочек-кювет диаметром 30 или 40 мм, глубиной 3 мм;
- фарфоровая чашка № 1;
- 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 техническом описании 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 Метод измерений

Метод основан на концентрировании радионуклидов из объёма водной пробы методом упаривания до сухого остатка, измерении с помощью радиометра скорости счёта альфа- и бета-излучения полученного остатка, и сравнении со скоростью счёта от 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 аттестованная смесь (рабочий эталон или стандартный 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, сравнение 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 аттестованная смесь (или стандартный образец) в виде сульфата 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 прокаливанию образца) измеряют через 3 - 10 часов.

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 за время t от счетного образца вместе с фоном $\langle N_{сч} \rangle$ по формуле

$$\langle N_{сч} \rangle = \frac{\sum_{i=1}^k N_i}{k} \quad (4.1)$$

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

$$\langle N_{\phi} \rangle = \frac{\sum_{i=1}^I N_{\phi i}}{I} \quad (4.2)$$

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

I - число измерений фона.

Для расчёта используется не менее трёх измерений фона, а при возможности, до 10 измерений. 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

$$\langle N \rangle = \langle N_{сч} \rangle - \langle N_\phi \rangle \quad (4.3)$$

5) Рассчитывают альфа- и бета- активность счётного образца для альфа- канала A_α , B_β , по формуле

$$A_\alpha = \frac{\langle N_\alpha \rangle}{t \cdot \text{Eff}_\alpha} \quad (4.4)$$

и для бета- канала A_β , B_β , по формуле

$$A_\beta = \frac{\langle N_\beta \rangle - \langle N_\alpha \rangle \cdot K_{tr}}{t \cdot \text{Eff}_\beta} \quad (4.5)$$

где $\langle N_\alpha \rangle$ - счёт для альфа- канала по формуле (4.3);

$\langle N_\beta \rangle$ - счёт для бета- канала по формуле (4.3);

Eff_α , Eff_β - чувствительность к альфа- и бета- излучению для данной массы счетного образца;

K_{tr} - коэффициент переноса альфа- счёта в бета- канал для данной массы счетного образца.

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

$$\sigma_{сч}^2 = \frac{1}{k \cdot (k-1)} \sum_{i=1}^k (N_i - \langle N_{сч} \rangle)^2 \quad (4.6)$$

7) Рассчитывают выборочное стандартное отклонение среднего значения фона σ_ϕ , по формуле

$$\sigma_\phi^2 = \frac{1}{1 \cdot (1-1)} \sum_{i=1}^1 (N_{i\phi} - \langle N_\phi \rangle)^2 \quad (4.7)$$

8) Рассчитывают стандартную неопределённость U_α и U_β среднего значения счёта для альфа- канала по формуле

$$U_\alpha = \sqrt{(\sigma_{сч\alpha}^2 + \sigma_{\phi\alpha}^2)} \quad (4.8)$$

и для бета- канала

$$U_\beta = \sqrt{(\sigma_{сч\beta}^2 + \sigma_{\phi\beta}^2 + \sigma_{сч\alpha}^2 \cdot K_{tr})} \quad (4.9)$$

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

$$U(A_\alpha) = \frac{2 \cdot U_\alpha}{t \cdot \text{Eff}_\alpha} \quad (4.10)$$

и для бета- активности

$$U(A_\beta) = \frac{2 \cdot U_\beta}{t \cdot \text{Eff}_\beta} \quad (4.11)$$

10) Объёмная суммарная альфа- активность в исходной пробе $A_{\alpha \text{ пр}}$, Бк/л, и её абсолютная неопределенность $U_{\alpha \text{ пр}}$ рассчитываются по формулам

$$A_{\alpha \text{ пр}} = \frac{A_\alpha}{V} \cdot \frac{M}{m} \quad (4.12)$$

$$U_{\alpha \text{ пр}} = \frac{U(A_\alpha)}{V} \cdot \frac{M}{m} \quad (4.13)$$

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 $A_{\beta \text{ пр}}$ и её неопределенность $U_{\beta \text{ пр}}$ рассчитывается по формуле

$$A_{\beta \text{ пр}} = \frac{A_\beta}{V} \cdot \frac{M}{m} \quad (4.14)$$

$$U_{\beta \text{ пр}} = \frac{U(A_\beta)}{V} \cdot \frac{M}{m} \quad (4.15)$$

Полную относительную неопределённость измерения объёмной активности определяют для альфа- активности $u_{\text{tot } \alpha}$ и бета- активности $u_{\text{tot } \beta}$, по формулам

$$u_{\text{tot } \alpha} = \sqrt{U_{\alpha \text{ пр}}^2 + A_{\alpha \text{ пр}}^2 (u_0^2 + u_d^2)} \quad (4.16)$$

$$u_{\text{tot } \beta} = \sqrt{U_{\beta \text{ пр}}^2 + A_{\beta \text{ пр}}^2 (u_0^2 + u_d^2)} \quad (4.17)$$

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 %).

5 Требования безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности при лабораторных работах и правила техники безопасности, предусмотренные при работе с радиоактивными веществами [1], [2].

При работе с электронной и высоковольтной аппаратурой должны соблюдаться правила работы с этими приборами [7].

При загрязненности детекторов радиоактивным материалом необходимо отключить прибор 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.

6 Требования к квалификации операторов

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.

7 Требования к условиям измерений

Измерения должны проводиться в условиях радиометрической лаборатории при температуре воздуха (20 ± 5) °С, относительной влажности не выше 80 %, уровень радиационного фона не должен превышать 0,25 мкЗв/ч, объёмная активность радона в воздухе помещения не должна превышать 50 Бк/м³.

Вибрации и электромагнитные помехи должны быть исключены.

8 Подготовка счётных образцов

Подготовка счётных образцов к измерениям проводится в соответствии с методическими рекомендациями [4]. Пробу воды объёмом V концентрируют по методике [4].

После концентрирования остаток водной пробы массой M переносят в фарфоровую чашку № 1. Растирают остаток с добавлением этилового спирта до гомогенно состояния, переводят полученную смесь в предварительно взвешенную измерительную тарелочку-кювету, распределяют равномерно по поверхности кюветы и высушивают под лампой.

Перед измерением взвешивают измерительную тарелочку для определения массы остатка m .

Измеряемые параметры при пробоподготовке: V , M , m .

9 Подготовка радиометра

Подготовка радиометра к работе выполняется в соответствии с руководством по эксплуатации [5].

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 300 - 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.

10 Порядок проведения измерений

Измерения счётных образцов выполняют в промежутке от 3 до 10 часов после прокаливании 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.

11 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 (4.1) - (4.5) и неопределённости измерений активности счётного образца по формулам (4.6) – (4.11).

Объёмная суммарная альфа- активность в исходной пробе в Бк/л или Бк/кг рассчитывается по формуле (4.12), а объёмная суммарная бета- активность по формуле (4.14).

Абсолютную неопределённость измерения объёмной активности рассчитывают по формулам (4.13), (4.15), (4.16), (4.17).

12 Оформление результатов измерений

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.

11 Контроль точности результатов 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.

Литература

1. Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности СП 2.6.1.2612-10 с изменениями (ОСПОРБ-99/2010) Госкомсанэпиднадзор России, Москва, 2010 г.
2. Нормы радиационной безопасности СП 2.6.1.2523-09 (НРБ-99/2009). Госкомсанэпиднадзор России, Москва, 2009 г.
3. 2.6.1 Ионизирующее излучение, радиационная безопасность. Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения. СанПиН 2.6.1.2800-10. Москва 2011 г.
4. Методика радиационного контроля. Суммарная альфа- бета- активность природных вод (пресных и минерализованных). Подготовка проб и выполнение измерений. Москва, ФГУП «ВИМС», 2013 г.
5. Альфа-бета-радиометр для измерения малых активностей УМФ-2000. Руководство по эксплуатации. Москва, 2018 г.
6. Фомин Г.С. Вода, Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам. Справочник. Москва, Гостандарт России, 1995 г.
7. Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей. Москва. Минэнерго, 2003 г.