

"УТВЕРЖДАЮ"

Директор научно-производственного
предприятия "Лаборатория приклад-
ных проблем"



_____ Л.М.Зубарева

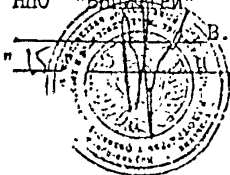
_____ 1993 г.

М Е Т О Д И К А

Экспрессного радиохимического определения стронция-90 в
золе растительности и биоматериалов с использованием
волокнистого-сорбента VS-I5

"СОГЛАСОВАНО"

Директор центра метрологии
ионизирующих излучений
НПО "Видеотри"



_____ В.П.Ярыча

_____ 1993 г.

В разработке настоящей методики принимали участие :

В.Б.Рыбалка

В.В.Сербинович

А.И.Ермаков

А.В.Ковалев

И.К.Пичурин

СОДЕРЖАНИЕ

	Лист
1. Нормы точности определения Sr-90	3
2. Обработка результатов измерений	3
3. Подготовка проб для проведения радиохимического определения Sr-90	4
4. Метод определения стронция-90 в золе растений и биоматериалов	4
5. Приготовление растворов	8
6. Подготовка и проведение измерений	9
7. Определение погрешности результатов измерений	10
8. Контроль точности измерений	11
9. Требования к технике безопасности	11
10. Требования к квалификации оператора	12
Приложение	
Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности радионуклида Sr ⁹⁰ в твердотельном радиометрическом источнике β-излучения и определение эффективности регистрации его β-излучения	13

Настоящая методика предназначена для экспрессного радиохимического определения стронция-90 в золе растений и биоматериалов в диапазоне концентраций 1-1000 Бк/кг воздушно-сухой пробы.

Данный метод основан на селективной сорбции стронция-90 во-локнистым сорбентом VS-15. Количественное определение стронция-90 проводят при помощи β -спектрометра или низкофонового β -радиометра.

Химический выход стронция может определяться с использованием метки - изотопа стронция-85, либо гравиметрическим или пламенно-фотометрическим методами.

1. Нормы точности определения Sr-90

В связи с тем, что нормы точности определения содержания радионуклидов в золе растений и биоматериалов не установлены, в данной методике принимается, что основная относительная погрешность не должна превышать $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Нижний предел обнаружения стронция-90 в пробе зависит лишь от типа используемого измерительного устройства и для УМФ-1500М составляет 1 БК/пробу.

Определение чувствительности установки к стронцию-90 производится относительным методом путем измерения образцовых препаратов стронция-90, полученных из ОРР стронция-90.

Один исполнитель одновременно может анализировать 16 проб.

2. Обработка результатов измерений

Активность стронция-90 в 1 кг анализируемой пробы рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{N}{3,7 \cdot 10^{10} \cdot L \cdot m \cdot \epsilon \cdot \eta} \quad (\text{Ки/кг}), \text{ где}$$

N - скорость β -счета образца за вычетом фона (с^{-1});

L - химический выход носителя стронция в долях единицы;

m - навеска зола (отожженной пробы), взятая для анализа (кг);

ϵ - отношение массы пробы до озоления к массе остатка пробы после озоления (массе зола отожженной пробы);

η - коэффициент переход к абсолютной активности, учитывающий эф-

фektivность регистрирующей аппаратуры и самопоглощения β -излучения в слое образца.

3. Подготовка проб для проведения радиохимического определения Sr-90

Объединенную пробу массой 2 кг высушивают до воздушно-сухого состояния, взвешивают, измельчают на мельнице и просеивают через сито с диаметром отверстий 2 мм.

Методом квартования отбирают 200 г воздушно-сухой пробы помещают в муфельную печь, постепенно нагревают ее до температуры 550°C и выдерживают при этой температуре в течение 8-10 часов для полного озоления пробы.

4. Метод определения стронция-90

Метод основан на селективной сорбции стронция-90 волокнистым сорбентом VS-15 и предназначен для определения Sr-90 в золе растений и биоматериалов, загрязненных цезием-137, цезием-134. Присутствие радиоизотопов Ce, Zr, Ru допускается в 10-кратных по сравнению со стронцием-90 количествах по активности.

4.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда:
 #низкофоновая установка для радиометрии β -излучения типа РУВ-01п (либо УМД-1500 М);
 сцинтилляционный γ -спектрометр (при определении коэффициента химического выхода по Sr-85);
 пламенный фотометр любой марки или атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенной ионизацией;
 мельница для размолва почвенных проб (типа "Рига");
 печь муфельная с терморегулятором до 1000°C (типа СНОЛ);
 сита почвенные (комплект);
 центрифуга ЦЛК-3 с ротором под пробирки емкостью 100 см³ с качающимися стаканами;
 весы лабораторные технические (ВЛКТ-500), ГОСТ 24104;
 весы лабораторные аналитические, ГОСТ 24104-88;
 плитка электрическая, ТУ 92-208;
 штатив для подложек;

В случае отсутствия низкофоновой установки можно использовать приборы типа РКБ4-1юм.

штатив для центрифужных пробирок;
 штатив лабораторный ШЛ с набором лапок и зажимов, ТУ 64-1-107;
 лампа зеркальная ЗМ-8, 220x500 для сушки препаратов;
 центрифужные пробирки на 100 см³;
 цилиндры мерные емкостью 50, 100, 250 и 500 см³, ГОСТ 1770-64;
 пипетки вместимостью 2,5 и 10 см³, ГОСТ 20292;
 колонки центрифужные (патрон для сорбции Sr) d=20 мм, h=80 мм ;
 колбы мерные вместимостью 1000 и 2000 см³, ГОСТ 1770;
 стаканы термостойкие вместимостью 400 и 150 см³, ГОСТ 10394-72;
 колбы конические вместимостью 100 см³, ГОСТ 10394-72;
 фильтры бумажные беззольные "белая лента" диаметром 9 см,
 ТУ 6-09-1978-77;
 бумага фильтровальная лабораторная, ГОСТ 12026-76;
 стеклянные палочки длиной 28 см.

4.2. Реактивы:

стронций азотнокислый, ГОСТ 5429-74, ч.д.а., водный раствор 50 мг/см³
 по стронцию, содержание Sr²⁺ контролируется гравиметрически;
 кислота азотная, уд.вес 1,38, конц., 6,5 моль/л раствор,
 ГОСТ 4461-77, ч.д.а.;
 аммония гидроксид, 30%-ный водный раствор по ГОСТ 3760-79,
 15%-ный водный раствор (1:1);
 кислота хлористоводородная по ГОСТ 3118-77, плотность 1,19 г/см³,
 х.ч.;
 сульфат аммония по ГОСТ 4165-78, х.ч.;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
 спирт этиловый, ГОСТ 18300-72, ректифицированный;
 индикаторная смесь (рН перехода 5,1);
 волокнистый сорбент VS-15;
 трилон Б, ГОСТ 4147-74, ч.д.а., 0,2 N водный раствор;
 натрия гидроксид, ГОСТ 4388-77, 2 M водный раствор, ч.д.а..
 натрий углекислый безводный, ГОСТ 83-79, ч.д.а.

4.3. Ход анализа

Навеску 50 г отожженной пробы помещают в термостойкий стакан
 вместимостью 400 см³, прибавляют 1 см³ раствора носителя стронция
 50 мг/см³ и 100 см³ смеси для выщелачивания, тщательно перемешива-
 ют и нагревают на плитке в течение 1 часа.

После охлаждения водную фазу отделяют центрифугированием и отбрасывают. Осадок промывают 10 см³ дист. воды и растворяют в небольшом количестве конц. HNO₃. К полученному раствору добавляют 70-75 см³ 6,5 М HNO₃ и раствор фильтруют через фильтр "белая лента" для удаления нерастворившихся частичек зола.

Полученную водную фазу 2 раза пропускают через патрон для сорбции стронция, содержащий 4 г волокнистого сорбента VS-15, предварительно подготовленного для проведения анализа. Подготовка сорбента сводится к последовательному промыванию его 2 раза по 25 см³ дистиллированной воды, а затем 2 раза по 25 см³ 6,5 М HNO₃.

После пропускания пробы патрон с волокнистым сорбентом центрифугируют в течение 2 минут при 1500 об/мин, затем водную фазу отбрасывают.

После этого сорбент обрабатывают 10 см³ водного раствора NH₄OH (1:1), прибавляют 20 см³ горячего 0,2 М раствора трилона Б и выдерживают 15 минут.

Затем сорбент последовательно промывают еще 20 см³ горячего 0,2 М раствора трилона Б и 20 см³ горячей воды. Сорбент центрифугируют в течение 2 минут при 1500 об/мин и объединяют все полученные водные фазы.

К объединенной водной фазе прибавляют 5-7 капель индикаторной смеси с pH перехода 5,1 и добавляют конц. HCl по каплям при перемешивании до перехода окраски.

Раствор нагревают на плитке до кипения и прибавляют 10 г сульфата аммония. Перемешивают и оставляют на плитке на 1 час до полного выпадения SrSO₄.

После охлаждения осадок сульфата стронция отделяют центрифугированием и промывают последовательно дистиллированной водой, а затем этиловым спиртом (время отделения осадка записывают).

Осадок переносят с помощью этанола на предварительно взвешенную подложку, высушивают под лампой, взвешивают подложку с осадком и измеряют β-активность приготовленного препарата.

Осадок с подложкой взвешивают для нахождения коэффициента перехода к абсолютной активности (K), учитывающего эффективность регистрации аппаратуры и самопоглощение β-излучения в слое образца (и определение химического выхода стронция, L, если это опре-

деление проводят гравиметрическим способом), измеряют радиоактивность стронция-90 на β -радиометре или β -спектрометре, не позднее 2-х часов с момента осаждения сульфата стронция и радиоактивность стронция-85 на γ -спектрометре (при определении химического выхода по стронцию-85).

Проверка радиохимической чистоты выделенного препарата может осуществляться по результатам повторных измерений через 1,3,5,10 суток после выделения по накоплению иттрия-90 (дочернего продукта распада стронция-90 (дочернего продукта распада стронция-90)).

Величину химического выхода определяют любым из описанных ниже способов:

а) Химический выход стронция с использованием метки стронция-85 определяют следующим образом: упаривают на стандартной подложке аликвоту раствора носителя стронция, содержащего стронций-85, измеряют ее активность на γ -спектрометре. По результатам измерения анализируемой пробы находят величину L :

$$L = \frac{A_I}{A_0} \quad , \quad \text{где}$$

A_I - активность стронция-85 в выделенном препарате;

A_0 - активность стронция-85, вносимого в пробу.

б) Определение химического выхода стронция атомно-абсорбционным или пламенно-фотометрическим методом.

Элюат, полученный после смывания стронция с волокна горячим раствором трилона Б, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Отбирают аликвоту 1 см³ на определение стронция, переносят в другую мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. В разбавленном растворе определяют содержание стронция атомно-абсорбционным методом на приборе ААС-1. Стронций определяют по атомно-резонансной полосе поглощения с длиной волны 460 нм и рассчитывают его химический выход.

Химический выход стронция можно определять на пламенном фотометре с помощью литиевого светофильтра, пропускающего свет с длиной волны 670,8 нм (ПАЖ-1 или ПАЖ-2).

Приборы для определения концентрации стронция предварительно градуируют по серии эталонных растворов, а затем проводят фото-

метрирование исследуемых растворов.

в) При известном содержании стронция в пробе в случае, когда в анализируемой навеске содержание природного стронция не превышает 4-5 мг, химический выход стронция может быть рассчитан по результатам гравиметрического определения выхода носителя стронция:

$$L = \frac{m}{m_1} \cdot 0,478 \quad , \text{ где}$$

m - масса препарата сульфата стронция, мг;

m_1 - масса носителя стронция, введенного в пробу;

0,478 - фактор пересчета сульфата стронция на металл.

5. Приготовление растворов

Азотная кислота, водный раствор, 6,5 моль/л. В мерную колбу вместимостью 1000 см³, помещают 465 см³ конц. HNO₃ и разбавляют дистиллированной водой до метки.

Гидроксид аммония, водный раствор, ~15%-ный (1:1). В коническую колбу вместимостью 1000 см³, помещают 500 см³ концентрированного раствора аммиака (30%-ного), 500 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

Трилон Б, ГОСТ 4147-74, ч.д.а., водный раствор ~0,2N, готовят растворением 20г вещества в 800 см³ дистиллированной воды, доводят раствором аммиака до pH 10-11 и разбавляют водой до 1 л.

Стронций азотнокислый, водный раствор, 50 мг/см³ по стронцию, меченный изотопом стронция-85. 12,05 г соли растворяют в 50 см³ дистиллированной воды, прибавляют ОРР стронция-85 суммарной активности 2000-5000 Бк, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³ и тщательно перемешивают.

Индикаторная смесь с pH перехода 5,1. 75 мг бромкрезолового зеленого и 50 мг метилового красного помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в ~20 см³ этанола при перемешивании и доводят этанолом до метки.

Смесь для выщелачивания. 120 г углекислого натрия и 64 г гидроксида натрия растворяют в 600 см³ дистиллированной воды и после охлаждения раствора доводят объем водой до 1000 см³.

6. Подготовка и проведение измерений

6.1. Подготовка установки к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора и методическими указаниями по радиометрическим измерениям радиоактивных препаратов.

6.2. После подготовки установки к работе проводят по два измерения скорости счета собственного фона установки и скорости счета от контрольного источника. Оценку годности полученных результатов измерений (N_1) проводят при сравнении их с допустимым интервалом, в котором могут быть заключены ожидаемые значения:

$$\bar{N} - 2,26\delta_N < N_1 < \bar{N} + 2,26\delta_N \quad (I.1),$$

где \bar{N} - установленное ранее значение средней скорости счета собственного фона установки или контрольного источника при десяти измерениях;

2,26 - коэффициент Стьюдента для 10 измерений (ГОСТ 8.207-74);

δ_N - среднее квадратичное отклонение результата измерения фона или контрольного источника, равное

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

Если значения N_1 выходят за пределы, определяемые формулой (I.1), то проводят дополнительные 10 измерений, выясняют причины отклонения от установленных средних значений и устраняют их. Если значение N_1 находится в допустимом интервале, то используют найденные значения среднего фона и контрольного источника.

6.3. После проверки фона и скорости счета от контрольного источника исследуемый образец помещают в измерительную камеру установки и оценивают за 1-2 мин. скорость счета (N) один раз.

6.4. Время измерения исследуемого образца пробы для вероятности $P=0,95$ определяют по формуле:

$$t = \frac{u^2 \cdot 10^4 (N + 2N_\Phi)}{N^2 \cdot \delta^2} \quad (I.2),$$

где u - коэффициент, равный 1,98 для $P=0,95$;

N - предварительно измеренное значение скорости счета от пробы, имп/с;

δ - относительная статистическая погрешность измерения пробы, менее 30%.

6.5. Скорости счета от исследуемой пробы измеряют не менее двух раз. Рассчитывают среднюю скорость счета по формуле:

$$N = \frac{\sum (N_{n+\phi} - \bar{N}_\phi)}{n} \quad (I.3), \text{ где}$$

$N_{n+\phi}$ - скорость счета образца с фоном, имп/с;

\bar{N}_ϕ - средняя скорость счета собственного фона установки, имп/с;

n - число измерений.

7. Определение погрешности результатов измерений

7.1. Для определения погрешности результатов измерений активности находят относительную статистическую погрешность измерения пробы для доверительной вероятности $P=0,95$ по формуле:

$$\delta = \frac{2 \cdot 100}{\bar{N}_n} \sqrt{\frac{\bar{N}_n + \bar{N}_\phi}{t_n} + \frac{\bar{N}_\phi}{t_\phi}} \quad (I.5),$$

где N_n , N_ϕ - средняя скорость счета от пробы за вычетом фона и фона установки, соответственно, имп/с;

t_n , t_ϕ - продолжительность времени счета пробы и фона.

Затем из паспорта установки или свидетельства о метрологической аттестации берут значение нестабильности работы установки ($\delta_{n(P,t)}$) и из паспорта образцового препарата или свидетельства на образец для аттестации, приготовленный из образцового радиоактивного раствора, значение систематической погрешности $\theta_0\%$.

7.2. Значение относительной основной погрешности находят по формуле:

$$\delta_0(P) = \theta_0 + \sqrt{\delta_{н(P,t)}^2 + \delta_{сн(P)}^2} \quad (I.6).$$

Значение абсолютной погрешности определения активности находят по формуле:

$$\Delta_0 = \frac{\delta_0(P)}{100} \cdot A_{90Sr} \quad (I.7)$$

7.3. Результат измерений записывают в виде:

$$A_{90\text{Sr}} \pm \Delta_{c(P)} = A_{90\text{Sr}} \pm \frac{\delta_o(P)}{100} \cdot A_{90\text{Sr}} \quad (\text{I.8})$$

8. Контроль точности измерений

8.1. Точность измерений обеспечивается: своевременной поверкой стандартизованных средств измерений;

аттестацией нестандартизованных средств измерений;

использованием стандартных образцов (с паспортом) или смесей для аттестации, приготовленных в соответствии с требованиями ГОСТ 8.505/84 "Метрологическая аттестация методик выполнения измерений содержаний компонентов проб веществ и материалов" и МИ 858-85 "Метрологическое обеспечение контроля состояния окружающей среды. Аттестованные смеси веществ. Основные положения";

контролем работы измерительной установки;

выполнением всех методических рекомендаций при проведении химического анализа;

применением химических реактивов и посуды, соответствующих указанным в МВИ, ГОСТах и ТУ.

8.2. Контроль за работой радиометрической установки осуществляют ежедневным измерением скорости счета собственного фона и контрольного источника.

Измерения, обработку и анализ результатов проводят в соответствии с вышеуказанными пунктами данной методики.

8.3. Контроль остальных параметров проводится в соответствии с указаниями в свидетельстве об аттестации.

9. Требования к технике безопасности

Безопасность труда при проведении анализов обеспечивается в соответствии с требованиями "Основных санитарных правил работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений" (ОСП-72-87), "Норм радиационной безопасности" (НРБ-76/87), а также "Правил по технике безопасности при производстве наблюдений и работ в сети Госкомгидромета". Л.: Гидрометеиздат, с. 161-189, и общими руководствами (Л.Н. Захаров. Техника безопасности в химических лабораториях. Л.: Химия, 1985. 184 с.).

Все работы с кислотами и органическими реактивами следует проводить в вытяжном шкафу.

Все приборы в лаборатории должны быть надежно заземлены. Лица, допущенные к работе, должны ежегодно сдавать экзамены по проверке знаний по технике безопасности и иметь допуск к работе в соответствии с "Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей до 500 в", эксплуатация β -радиометра (β -спектрометра), γ -спектрометра, атомно-абсорбционного спектрофотометра (пламенного фотометра) осуществляется на основе требований безопасности соответствующих разделов "Технического описания" или "Инструкции по эксплуатации".

Требования к радиационной безопасности при работе с источниками ионизирующих радиоактивных излучений соответствуют III классу работ (ОСП-72/80).

10. Требования к квалификации оператора

Анализы проб золы растений и биоматериалов на содержание Sr-90 должны выполняться квалифицированными химиками-аналитиками, владеющими техникой проведения химических работ, знакомыми с правилами эксплуатации приборов, применяемых в данной методике, и прошедшими соответствующий инструктаж по технике безопасности.

Приложение

Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности радионуклида Sr^{90} в твердотельном радиометрическом источнике β -излучения и определение эффективности регистрации его β -излучения

1. Назначение

Настоящая методика устанавливает порядок приготовления из образцового радиоактивного раствора образца активности радионуклида стронция-90 в твердотельном радиометрическом источнике β -излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений (чувствительность, основная погрешность), а также для построения зависимости эффективности регистрации β -излучения от массы препарата низкофоновых β -радиометров типа РУБ-01п для измерений β -излучения стронция-90 в препаратах сульфата стронция зола растений и биоматериалов.

2. Посуда, реактивы:

образцовый радиоактивный раствор (ОРР);

посуда лабораторная, ГОСТ 25336-82;

стронций азотнокислый, ГОСТ 5429-74, водный раствор 50 мг/см³ по стронцию, ч.д.а.;

железо азотнокислое, ГОСТ 4111-74, водный 5%-ный раствор, х.ч.;

кислота азотная, уд.вес 1,38, ГОСТ 4461-77, ч.д.а.;

спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 18300-87;

кислота хлористоводородная, уд.вес 1,19, ГОСТ 3118-77, х.ч.;

аммония гидроксид, ГОСТ 3760-79, водный раствор 15% (1:1);

сульфат аммония, ГОСТ 4165-78, х.ч.;

вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;

индикаторная смесь с pH перехода 5,1;

трилон Б, ГОСТ 4147-74, ~0,2 N водно-аммиачный раствор с pH 10-11, ч.д.а.

3. Приготовление образцового β -излучателя

3.1. Исходя из удельной массовой активности, указанной в паспорте на ОРР, рассчитывают массу (объем) ОРР, которую необходимо взять для получения заданной активности образцового β -излучателя.

3.2. В термостойкий стеклянный стакан вместимостью 150 см³ наливают 50 см³ дистиллированной воды и 1 см³ конц. азотной кислоты. Вносят 10 см³ носителя стронция, необходимое количество ОРР и 1 см³ 5%-ного раствора азотнокислого железа.

3.3. Раствор нагревают на водяной бане и прибавлением по каплям аммиака при перемешивании осаждают гидроксид железа. Скоагулированный осадок отделяют центрифугированием, промывают 2 раза минимальным количеством горячей воды с несколькими каплями аммиака и отбрасывают осадок.

Промывные воды объединяют с исходным центрифугатом.

3.4. Раствор подкисляют азотной кислотой до pH 1-2, добавляют 0,5 см³ 5%-ного раствора азотнокислого железа и вновь осаждают гидроксид железа (повторяют операции по п.3.3.). Время осаждения гидроксида железа записывают.

3.5. К центрифугату прибавляют 20 см³ ~0,2 N аммиачного раствора трилона Б, 5-7 капель индикаторной смеси с pH перехода 5,1 и конц. HCl по каплям при перемешивании до перехода окраски.

Полученный раствор нагревают на плитке до кипения и прибавляют 10 г сульфата аммония. Раствор перемешивают и оставляют на плитке на 1 час до полного выпадения осадка.

3.6. Смесь охлаждают и отделяют осадок сульфата стронция центрифугированием.

Осадок сульфата стронция промывают 2 раза по 50 см³ дистиллированной воды, 2 раза по 50 см³ этилового спирта и высушивают под лампой. Навеску сульфата стронция переносят на стандартную подложку, равномерно распределяют, взвешивают и измеряют скорость счета. 3-х часов с момента последнего осаждения гидроксида железа.

3.7. Из высушенного осадка сульфата стронция готовится серия препаратов различной массы (40-200 мг) (40, 80, 120, 160, 200 мг) при диаметре углубления подложки 22 мм и 30-170 мг при диаметре углубления 18 мм (из расчета, чтобы толщина препарата находилась в диапазоне 11-55 мг/см³). Для калибровочных препаратов используются подложки той же геометрии, что и для измерения проб. С помощью этилового спирта сульфат стронция равномерно распределяется по подложке и высушивается под источником тепла с верхним нагревом.

4. Расчет активности образцового β-излучателя ($A_{\text{пр.п.}}^{(1)}$) осу-

ществуется по формуле:

$$A_{\text{преп.}}^{(i)} = \frac{A_{\text{исх.}}}{\frac{m_{\text{Sr}}}{0,478}} \cdot m_{\text{преп.}}^{(i)} \quad , \quad \text{где}$$

$A_{\text{исх.}}$ - активность аликвоты образцового радиоактивного раствора (ОРР), внесенная в образцовый β -излучатель, Бк;

$m_{\text{преп.}}^{(i)}$ - масса препарата (i) сульфата стронция, мг;

m_{Sr} - масса внесенного носителя Sr^{2+} , мг (500 мг по п.3.2);
0,478 - фактор пересчета сульфата стронция на стронций.

5. Определение эффективности регистрации β -излучения для препаратов различной массы и расчет активности стронция-90 в анализируемой пробе.

5.1. Определяют эффективность регистрации β -излучения (η_{β}) для каждого препарата серии путем определения скорости счета при измерении калибровочных препаратов (для каждого препарата рассчитывается значение η_{β}) по формуле:

$$\eta_{\beta} = \frac{N_{\text{к}} - N_{\text{ф}}}{A_{\text{преп.}}} \quad , \quad \text{где}$$

$N_{\text{к}}$ - скорость счета при измерении калибровочного препарата, имп/с;

$N_{\text{ф}}$ - скорость счета фона, имп/с;

$A_{\text{преп.}}$ - активность калибровочного препарата стронция-90, Бк.

5.2. Путем последовательного определения эффективности регистрации для препаратов различной массы строят графическую зависимость эффективности регистрации (η_{β}) от массы препарата (m, мг). Эта зависимость имеет вид, представленный на рис.1.

5.3. Активность анализируемого препарата (A_i) рассчитывается по формуле:

$$A_i = \frac{N_i - N_{\text{ф}}}{\eta_{\beta(m)}} \quad , \quad \text{где}$$

N_i - скорость счета β -излучения измеренного препарата, имп/с;

$N_{\text{ф}}$ - скорость счета фона, имп/с;

$\eta_{\beta(m)}$ - эффективность регистрации для i-го препарата массы m_i , которая находится по значению m_i (массы препарата) из графической зависимости $\eta_{\beta} = f(m)$.

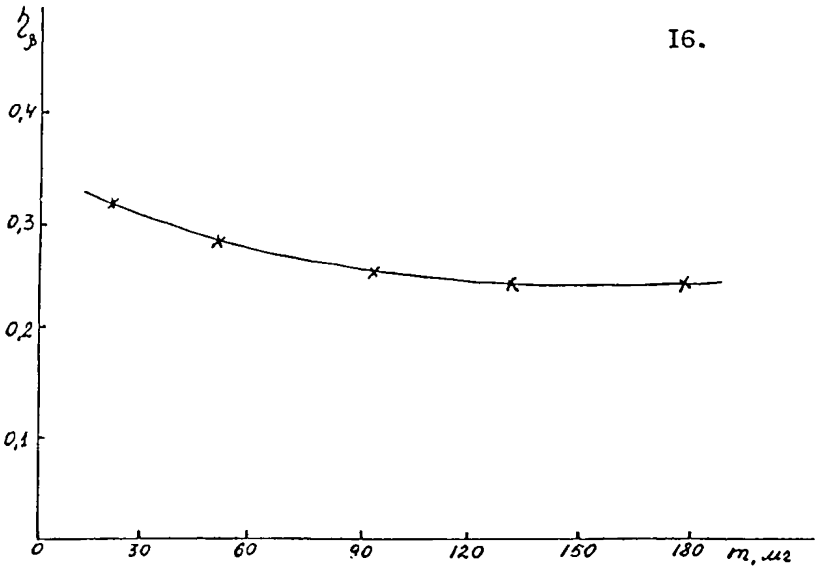


Рис. I. Зависимость эффективности регистрации β-излучения от массы препарата сульфата стронция.

6. Определение чувствительности радиометра

Чувствительность радиометра к излучению нуклида образцового источника рассчитывают по формуле:

$$\eta = \frac{\bar{N}_{ou}}{A_{ou}}, \quad \text{где}$$

η - чувствительность радиометра к излучению нуклида, имп/с, Бк (имп кг(л)/с Бк);

A_{ou} - активность нуклида в образцовом β-излучателе, Бк;

\bar{N}_{ou} - значение средней скорости счета от образцового источника, имп/с.

7. Расчет относительной погрешности определения чувствительности радиометра осуществляется по формуле:

$$\delta_{\eta} = \theta_{сп} + \sqrt{\delta_{н(Р,t)}^2 + \delta_{оп(Р)}^2}, \quad \text{где}$$

$\theta_{сп}$ - систематическая относительная погрешность приготовления образцового β-излучателя;

$\delta_{н(Р,t)}$ - значение относительной погрешности, характеризующей нестабильность работы установки;

$\delta_{оп(Р)}$ - относительная статистическая погрешность измерения скорости счета образцового β -излучателя.

Относительную погрешность приготовления образцового β -излучателя $\theta_{оп}$ рассчитывают по формуле:

$$\theta_{оп} = 1,1 \sqrt{\theta_{л}^2 + \theta_{отк}^2 + \theta_{р}^2}, \text{ где}$$

$\theta_{л}$ - относительная погрешность удельной активности ОРР (по свидетельству на ОРР), (~3%);

$\theta_{отк}$ - относительная погрешность отмеривания аликвоты ОРР, ГОСТ 1770-74 (~1,5%);

$\theta_{р}$ - относительная погрешность разведения ОРР, ГОСТ 1770-74 (~3%).

При расчете основной относительной погрешности определения активности проб относительная погрешность определения чувствительности (δ_{η}) рассматривается как систематическая погрешность (θ_0).