

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

В.И. Чибураев

04. 01. 1991 год

№ 5779-91

### Методические указания

### Цезий-137. Определение в пищевых продуктах

Настоящие методические указания предназначены для специалистов радиологических подразделений санэпидстанций и служб, осуществляющих контроль за содержанием радионуклидов в объектах окружающей среды, и позволяют определить содержание цезия-137 в пищевых продуктах.

Метод основан на концентрировании цезия-137 на осадке ферроцианида никеля и последующем выделении его в виде сурьмянисто-йодидной или гексахлортеллуритной соли.

#### 1. Нормы точности определения

В связи с тем, что нормы точности определения содержания радионуклидов в пищевых продуктах не установлены, в данной методике принимается, что основная относительная погрешность не должна превышать  $\pm 30\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ . При этом учитывается, что нормы точности радиометрических измерений, устанавливаемых ГОСТ 8.033—84, даны в пределах от 10 до 50%.

Нижний предел обнаружения цезия-137 в пробе составляет 0,8 Бк/пр.

Верхний предел обнаружения зависит от применяемого счетного устройства и рассчитывается по формуле

$$A_{\max} = \frac{N_{\max}}{K},$$

где  $N_{\max}$  - максимально возможная скорость счета (без фона);  
 $K$  - чувствительность радиометра.

Определение чувствительности установки к цезию-137 проводилось относительным методом путем измерения образцовых препаратов цезия-137, полученных из образцовых радиоактивных растворов.

Один исполнитель может одновременно анализировать 6 проб.

## **2. Подготовка проб для проведения радиохимического определения**

Посуда, реактивы, вспомогательное оборудование:  
весы лабораторные аналитические (ГОСТ 24104—88);  
весы лабораторные технические (ВЛКТ-500);  
шкаф сушильный терmostатируемый (ГОСТ 3765—78);  
печь муфельная с терморегулятором до 1000°C;  
плитка электрическая (ГОСТ 14919—83);  
лампа зеркальная 3 М-8, 220×500;  
пипетки 1,2 см<sup>3</sup> (ГОСТ 20292—74);  
стаканы термостойкие, вместимостью 2000 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336—82);  
воронки диаметром 15 см (ГОСТ 25336—82);  
чашки фарфоровые вместимостью 150-200 см<sup>3</sup> (ГОСТ 9147—80);  
кислота азотная, концентрированная (ГОСТ 4461—77) чда;  
перекись водорода, 30% (ГОСТ 10929—76) хч;  
иттрий хлористый, 6-водный (ТУ 6-09—4477) чда;  
стронций хлористый, 6-водный (ГОСТ 4140—74) чда;  
цезий азотнокислый (ТУ 6-09-437—75) хч;  
цезий хлористый (ТУ 6-09-4066—79) хч.

### **2.1. Подготовка проб растительных пищевых продуктов**

Навеску пробы 0,5-5,0 кг сырого веса, вымытую, очищенную, нарезанную помещают в сушильный шкаф и высушивают при 100-120°C. Сухую пробу переносят в фарфоровые чашки и нагревают на электроплитке или под инфракрасной лампой до полного обугливания. Персыпают в фарфоровые тигли или чашки меньшего размера и помещают в муфельную печь для озоления при 400-500°C.

### **2.2. Подготовка проб пищевых продуктов животного происхождения методом термического разложения**

Мясо и мышцы рыбы отделяют от костей, нарезают мелкими кусками. Творог, сыр помещают в фарфоровые чашки. Навеску пробы 0,3-5,0 кг высушивают под инфракрасной лампой, обугливают на электроплитке, затем переносят в фарфоровые тигли небольшими порциями и озоляют при 400-500°C. Время озоления зависит от величины навески.

### **2.3. Подготовка проб пищевых продуктов животного происхождения методом кислотного озоления**

Метод предназначен для переведения в раствор проб мяса, молочных продуктов (сгущенного и концентрированного молока, масла, творога, сыра) и т. д. с уровнем суммарной  $\beta$ -активности  $1 \cdot 10^{-3}$  КИ/кг и выше. Рекомендуемый объем пробы не более 1,5 кг.

Метод основан на полной минерализации органических проб концентрированной азотной кислотой и перекисью водорода при нагревании.

В стакан емкостью 2000 см<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> концентрированной

азотной кислоты, нагревают до кипения и порциями (10-20 г) постепенно при помешивании вносят растворимую пробу. Обычно эта операция занимает от 1 до 2 часов в зависимости от объема и характера пробы. Особое внимание нужно обратить на возможность обильного образования пены при сжигании жирных сортов мяса, масла, сгущенного молока с сахаром и соблюдать при растворении особую осторожность. После того, как вся масса продукта внесена в стакан, вносят растворы носителей иттрия и стронция (если в этой пробе будет определен стронций-90), цезия и, продолжая кипячение, порциями (5-10 см<sup>3</sup>) добавляют перекись водорода до полного разложения пробы (прекращение выделения бурых паров и осветление раствора). По мере уменьшения объема кислоты, если проба еще полностью не разложилась, добавляют 200-500 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты.

Обычно для разложения 1 кг пробы достаточно 0,5-1,0 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 0,2-0,4 см<sup>3</sup> перекиси водорода. После полного разложения пробу охлаждают, застывший жир удаляют, промывают его в отдельной чашке или стакане 6Н азотной кислотой, промывной раствор присоединяют к основному. Раствор кипятят еще 10-20 мин до полного разложения перекиси водорода (прекращение выделения мелких пузырьков), доливают равным объемом дистиллированной воды. Из теплого раствора осаждают оксалаты щелочно-земельных металлов, для чего вносят 10-20 см<sup>3</sup> 8% щавелевой кислоты или насыщенный раствор щавелевокислого аммония и приливают 25% раствор аммиака до pH = 1,5. В осадке оксалата определяют стронций-90, в фильтрате цезий-137 и цезий-134.

### 3. Метод определения цезия-137

Метод основан на концентрировании цезия-137 на осадке ферроцианида никеля и последующем выделении его в виде сурьмянисто-йодидной или гексахлортеллуритной соли.

#### Реактивы:

стронций азотнокислый, водный раствор (ГОСТ 5429—74) чда;  
цезий азотнокислый (ТУ 6-09-437-75) хч;  
уцеций хлористый (ТУ 6-09-4066-79) хч;  
иттрий азотнокислый (ТУ 6-09-4676-78) хч;  
кислота азотная, уд. вес - 1,36 (ГОСТ 4461—77) чда;  
кислота соляная, уд. вес - 1,19 (ГОСТ 3118—77) хч;  
аммиак водный, 25% раствор (ГОСТ 3760—79) чда;  
аммоний щавелевокислый (ГОСТ 5712—78) хч;  
едкий натр (ГОСТ 4388—77) чда;  
никель азотнокислый (ГОСТ 4055—78) хч;  
натрий железистосинеродистый (калий железистосинеродистый),  
теллур, двуокись, ТУ 6-09-1401-76, МРТУ 6-09-5232-68  
(ГОСТ 4207—75);  
ацетон (ГОСТ 2603—79) хч;  
спирт этиловый, 96%, реагент (ГОСТ 18300—87);  
полистирол;

хлороформ или четыреххлористый углерод;  
иодистый аммоний (ГОСТ 3764—75) хч;  
треххлористая сурьма (ТУ 6-09-636-76) хч;  
сернокислый (или пиросернистокислый) натрий (ГОСТ 429—76) хч;  
кислота уксусная, ледяная (ГОСТ 61—75) хч;  
кислота серная, концентрированная (ГОСТ 4204—77) чда.

Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда:  
низкофоновая установка для радиометрии  $\beta$ -излучения;  
весы лабораторные аналитические (ГОСТ 24104—88);  
весы лабораторные технические (ВЛКТ-500);  
шкаф сушильный терmostатируемый (ГОСТ 3765—78);  
печь муфельная с терморегулятором до 1000°C;  
плитка электрическая (ГОСТ 14919—83);  
лампа зеркальная ЗМ-8, 220×500 для сушки проб;  
центрифуга, ТУ 5-375-4260-76;  
эксикатор (ГОСТ 25336—82);  
центрифужные пробирки на 10 см<sup>3</sup>,  
пипетки - 1,2 и 5 см<sup>3</sup> (ГОСТ 20292—74);  
колбы мерные - 100, 500, 1000 см<sup>3</sup> (ГОСТ 1770—74);  
стаканы термостойкие, вместимостью 50, 100, 200, 500 см<sup>3</sup>  
(ГОСТ 25336—82);  
воронки диаметром 5, 10, 15 см (ГОСТ 25336—82);  
чашки фарфоровые вместимостью 150-200 см<sup>3</sup> (ГОСТ 9147—80);  
фильтры бумажные, синяя и красная лента диаметром 9 и 15 см;  
стеклянные палочки тонкие - 15 см.

Ход анализа. Всю золу, полученную сжиганием 3-5 кг продуктов при 450°C, помещают в термостойкий стакан, вносят раствор если Cs - 50-100 мг, Sr - 50 мг, Y-50 и растворяют в 3н HNO<sub>3</sub>.

В тех случаях, когда стронций-90 определяют по дочернему иттрию-90 экстракцией последнего МИМФК'ом, носитель иттрия не вносят.

Нерастворившуюся часть золы растительности промывают разбавленной азотной кислотой и переводят в раствор после вторичного озоления. Фильтрат и промывные воды объединяют и в случае необходимости определения Sr<sup>90</sup> оксалатным методом добавляют аммиак до pH = 1,5. Из горячего раствора осаждают оксалаты щелочно-земельных элементов насыщенным раствором щавелевокислого аммония. Осадок оставляют на 1-1,5 часа, проверяют полноту осаждения (для растворов с низким содержанием Ca), отфильтровывают и промывают водой, содержащей оксалат-ионы. В осадке определяют стронций-90.

(В тех случаях, когда определение Sr<sup>90</sup> производится из отдельной навески, осаждение оксалатов не производится). Фильтрат и промывные воды объединяют, добавляют 10% аммиак (1:1) до начала выпадения гидроокиси - pH = 3+4. Затем в раствор последовательно вносят 5 см<sup>3</sup> 10% азотнокислого никеля и 5 см<sup>3</sup> 10% ферроцианида натрия. Осадку дают отстояться и проводят повторно концентрирова-

ние, добавляя  $5 \text{ см}^3$  азотнокислого никеля и  $5 \text{ см}^3$  10% ферроцианида натрия. Осадок ферроцианида никеля, содержащий цезий, отфильтровывают, промывают водой и прокаливают в муфеле при  $400\text{-}500^\circ\text{C}$ . Выделение цезия-137 производят двумя способами:

Прокаленный осадок переносят в стакан, заливают  $30\text{-}40 \text{ см}^3$  Зн HCl и нагревают до кипения. Нерастворившиеся частицы отфильтровывают, промывают на фильтре Зн HCl. Объем раствора должен быть не более  $50 \text{ см}^3$ .

Фильтрат охлаждают и вносят  $3 \text{ см}^3$  свежеприготовленного раствора  $\text{NH}_4\text{J}$ . Если раствор буреет, добавляют сухую соль сульфита или метабисульфита натрия до обесцвечивания. Затем приливают  $0,8 \text{ см}^3$  треххлористой сурьмы и раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой до образования красного осадка. Осадок выдерживают 1,5-2 часа на ледяной бане.

Иногда образуется осадок темного цвета или с белым налетом. В таких случаях проводят переосаждение. Для этого осадок растворяют в воде. Нерастворившуюся часть отфильтровывают, а в фильтрат добавляют концентрированную HCl до получения 3 н раствора, охлаждают и повторяют осаждение.

Отстоявшийся осадок отделяют центрифугированием, промывают 3-4 раза ледяной уксусной кислотой до осветления промывных вод, затем этиловым спиртом до удаления запаха уксусной кислоты (3-4 раза по  $20 \text{ см}^3$ ) и сушат под инфракрасными лучами.

Высушенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют спиртом, взвешивают для контроля выхода носителя и определяют  $\beta$ -активность выделенного препарата цезия-137.

Радиохимическую чистоту выделенного препарата и его химический выход определяют в соответствии с "Методическими рекомендациями по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды" (Москва, 1980), утвержденными главным государственным санитарным врачом СССР П.Н. Бургасовым 03.12.79 г.

Величину химического выхода определяют как отношение количества носителя, измеренного после проведения анализа, к количеству его, добавленного в пробу.

Относительная погрешность определения химического выхода составит не более 2%.

Радиохимическую чистоту выделенного препарата проверяют с помощью анализа кривых ослабления бета-излучения в алюминии.

Образующиеся при разложении ферроцианидов карбонаты Cs, Ni, Fe, K обрабатывают  $30\text{-}35 \text{ см}^3$  концентрированной HCl при нагревании и затем охлаждают на ледяной бане в течение 1,5-2 часов (лучше оставить фильтрат на ночь). Выпавший при этом хлорид калия и нерастворившийся осадок отделяют центрифугированием, или фильтрованием. Отбрасывают и из прозрачного раствора на холода осаждают цезий -  $2\text{-}3 \text{ см}^3$  10% раствора окиси теллура в концентрированной HCl при интенсивном перемешивании. Осадку желтого цвета дают постоять, затем переносят его в центрифужную пробирку. Центрифицируют и

промывают осадок 2-3 раза концентрированной HCl, 3 раза ацетоном, один раз этиловым спиртом и с помощью последнего переносят на взвешенную алюминиевую подложку диаметром 4 см, покрытую пленкой из полистирола. Препарат высушивают, взвешивают и рассчитывают химический выход.

#### 4. Приготовление реагентов

10% раствор двуокиси теллура. 10 г двуокиси теллура растворяют в концентрированной HCl при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки концентрированной соляной кислотой.

Раствор полистирола. 5 г стружек полистирола растворяют в 100 см<sup>3</sup> хлороформа или четыреххлористого углерода путем встряхивания в колбе, закрытой пробкой.

Стронций азотнокислый, водный раствор, 50 мг/см<sup>3</sup> по стронцию. 17,26 г соли растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Иттрий азотнокислый, водный раствор, 50 мг/см<sup>3</sup> по иттрию. 215,4 г соли растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Цезий азотнокислый, водный раствор, 50 мг/см<sup>3</sup> по цезию. 73,35 г соли растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Цезий хлористый, водный раствор, 50 мг/см<sup>3</sup> по цезию. 63,35 г соли растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Аммоний щавелевокислый, насыщенный раствор. 60 г соли растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Едкий натр, 10%. 50 г едкого натра растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Треххлористая сурьма, раствор. 6,9 г Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> или 4,4 г SbCl<sub>3</sub> растворяют в 100 см<sup>3</sup> 4 н HCl.

Иодистый аммоний, насыщенный раствор. 170 г соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Кислота соляная, 3 н. Концентрированную кислоту разбавляют дистиллированной водой до плотности 1,05 г/см<sup>3</sup>.

Натрий железистосинеродистый, 10% раствор. 50 г соли растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Никель азотнокислый, 10% раствор. 50 г соли растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

#### 5. Подготовка и проведение измерений

Подготовка установки к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

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 ( $N_i$ ) проводят при сравнении их с допустимым интервалом, в котором могут быть заключены ожидаемые значения:

$$\bar{N} - 2,26 S_{\bar{N}} < N_i < \bar{N} + 2,26 S_{\bar{N}}, \quad (1.1)$$

$N$  - установленное ранее значение скорости счета собственного фона установки или контрольного источника при десяти измерениях;  
 $2,26$  - коэффициент из таблицы Стьюдента для 10 измерений (ГОСТ 8.207—74);  
 $S_N$  - среднее квадратичное отклонение результата измерения фона или контрольного источника.

Если значение  $N_i$  выходит за пределы, определяемые формулой (1.1), по проводят дополнительные 10 измерений, выясняют причины отклонения от установленных средних значений и устраняют их.

После проверки фона и скорости счета от контрольного источника исследуемый образец помещают в измерительную камеру установки и оценивают за 1-2 минуты скорость счета.

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

$$t = \frac{u^2 \cdot 10^4 (\bar{N} + 2\bar{N}_\phi)}{\bar{N}^2 \cdot \delta^2}, \quad (1.2)$$

где  $u$  - коэффициент, равный 2 для вероятности  $P = 0,95$ ;

$\bar{N}$  - предварительное значение средней скорости счета от пробы,  $1/\text{с}$ ;

$\delta$  - относительная статистическая погрешность измерения пробы.

Скорость счета от исследуемой пробы измеряется не менее двух раз.

## 6. Обработка результатов измерений

Величину активности измеряют на малофоновой установке с торцевым счетчиком СБТ-13.

Активность цезия-137 в 1 кг продукта рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{\bar{N} - \bar{N}_\phi}{\rho_0 \cdot a \cdot \eta} \text{ Бк/кг}, \quad (1.3)$$

где  $\bar{N}$  - скорость счета образца с фоном, имп/с;

$\bar{N}_\phi$  - скорость счета фона, имп/с;

$\rho_0$  - общий вес пробы, взятой на анализ, кг;

$\eta$  - чувствительность установки, имп/Бк · с;

$a$  - выход носителя цезия-137, в долях единицы.

## 7. Определение погрешности результатов измерений

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

$$\delta_{\text{сп}} = \frac{2 \cdot 100}{\bar{N}_n} \sqrt{\frac{\bar{N}_n + \bar{N}_\phi}{t_n} + \frac{\bar{N}_\phi}{t_\phi}}, \quad (1.4)$$

где  $\bar{N}_n$  и  $\bar{N}_\phi$  - скорость счета соответственно от пробы и фона установки, имп/с;

$t_{\text{п}}, t_{\phi}$  - продолжительность счета пробы и фона.

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

Значение относительной основной погрешности находят по формуле:

$$\delta_0(P) = \theta(P) + \sqrt{\delta_{\text{н}}^2(P, t) + \delta_{\text{сп}}^2(P)}. \quad (1.5)$$

Значение абсолютной погрешности определения активности находят по формуле:

$$\sigma_0(P) = \frac{\delta_0(P)}{100} A_{\text{п}}. \quad (1.6)$$

Результат измерений записывают в виде:

$$A_{137_{\text{Cs}}} \pm \sigma_0(P) = A_{137_{\text{Cs}}} \pm \frac{\delta_0(P)}{100} A_{137_{\text{Cs}}}. \quad (1.7)$$

## 8. Контроль точности измерений

Точность измерений обеспечивается: своевременной поверкой стандартных средств измерений;

аттестацией нестандартизированных 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" (приложение 2) 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, соответствующим указанным в МВИ, ГОСТ'ах и ТУ.

Данные о контроле проверки средств измерений, аттестации нестандартизированных средств измерений, а также характеристики стандартных образцов и смесей для аттестации приводят в виде таблиц (таблицы 1-3 приведены в качестве примера).

## Примеры таблиц

**Проверка средств измерений, используемых по МВИ**

**Таблица 1**

Средства измерений	Заводской или учетный номер	Периодичность проверки в течение года	Дата последней проверки или аттестации	Примечание
Весы аналитические тип ВЛА-200	181	1	24.05.88	
Весы лабораторные технические ВЛТК	23	1	17.05.88	

**Аттестация, проверка нестандартизированных средств измерений**

**Таблица 2**

Средства измерения	Учетный номер	Периодичность проверки (аттестации)	Дата последней проверки или аттестации	Примечание
Установка с малым фоном УМФ-6	12	1 год	19.05.89	

**Характеристика стандартных образцов, смеси для аттестации**

Наименование образца смеси	Учетный номер по журналу метрологической службы лаборатории	Ссылка на НТД по приготовлению или методику приготовления смеси (где опубликовано)	Значение погрешности приготовления образца для вероятности $P=0,95$	Ссылка на свидетельство о метрологической аттестации и срок его действия

Контроль за работой УМФ осуществляют ежедневным измерением скорости счета собственного фона и от контрольного источника.

Измерения, обработку и анализ результатов проводят в соответствии с п.п. 5-7.

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

## 9. Требования к технике безопасности

В методике используют концентрированные растворы кислот, аммиака. Необходимо изучить их химические свойства, пройти инструктаж и в работе строго следовать соответствующим инструкциям по технике безопасности (Приказ Минздрава СССР от 20.06.68).

Литература: Л.Н. Захаров. Техника безопасности в химических лабораториях, Ленинград, "Химия", 1985.

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

## 10. Требования к квалификации оператора

К выполнению химических операций методики и измерений бета-активности на радиометрической установке допускаются специалисты с квалификацией лаборанта или техника-химика, прошедшие инструктаж по работе с радиоактивными веществами и сдавшие экзамен по технике безопасности.

## 11. Методика приготовления из образцового радиоактивного раствора (OPP) образца активности радионуклида цезия-137 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения (образца для аттестации)

Настоящая методика устанавливает порядок приготовления из образцового радиоактивного раствора образца активности радионуклида цезия-137 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений (чувствительность, основная погрешность) низкоФоновых бета-радиометров типа УФМ для измерения цезия-137 в пищевых продуктах.

### Посуда, реактивы:

посуда лабораторная (ГОСТ 25336—82);  
цезий азотнокислый (ТУ 6-09-437—75) хч;  
цезий хлористый (ТУ 6-09-4066—79) хч;  
кислота соляная, уд. вес - 1,19 (ГОСТ 3118—77) чда;  
теллур, двуокись (ТУ 6-09-1401—76) чда;  
ацетон (ГОСТ 2603—79) чда;  
спирт этиловый 96%, ректификат (ГОСТ 18300—87);  
полистирол;  
хлористый или четыреххлористый углерод;  
аммоний иодистый (ГОСТ 3764—65) чда;  
сернокислый (или пиросернокислый) натрий (ГОСТ 429—76);  
кислота уксусная, ледяная (ГОСТ 61—75) хч.

### Приготовление образцового бета-излучателя

Исходя из удельной массовой активности, указанной в паспорте на OPP, рассчитывают объем OPP, который необходимо взять для получения данной активности образцового бета-излучения.

В термостойкий стеклянный стакан объемом 50 см<sup>3</sup> наливают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Вносят 1 см<sup>3</sup> носителя цезия, необходимое количество OPP и 3 см<sup>3</sup> свежеприготовленного насыщенного раствора NH<sub>4</sub>J.

Затем приливают 0,8 см<sup>3</sup> треххлористой сурьмы, раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой до образования красного осадка.

Осадок выдерживают 1,5-2 часа на ледяной бане. Отстоявшийся осадок отделяют центрифугированием, промывают 3-4 раза ледяной уксусной кислотой до осветления промывных вод, затем этиловым спиртом - до удаления запаха уксусной кислоты (3-4 раза по 20 см<sup>3</sup>) и сушат под инфракрасной лампой.

Высущенный осадок переносят на предварительно взвешенную подложку, фиксируют спиртом, взвешивают для контроля, выхода носителя и определяют бета-активность.

В термостойкий стеклянный стакан объемом 50 см<sup>3</sup> наливают 30 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Вносят 1 см<sup>3</sup> носителя цезия, необходимое количество OPP и охлаждают на ледяной бане в течение 1,5-2 часов. На холоде приливают 2-3 см<sup>3</sup> 10% раствора окиси теллура в концентрированной HCl при интенсивном перемешивании. Осадку желтого цвета дают постоять, затем переносят его в центрифужную пробирку. Центрифицируют и промывают осадок 2-3 раза концентрированной HCl, 3 раза ацетоном, один раз этиловым спиртом и с помощью последнего переносят на взвешенную алюминиевую подложку диаметром 4 см, покрытую пленкой из полистирола. Препарат высушивают, взвешивают для контроля выхода носителя и определяют бета-активность.

#### **Расчет погрешности определения активности, образцового излучателя**

Погрешность определения активности образцового бета-излучателя состоит из следующих составляющих:

погрешность удельной активности

$\theta_A = \pm 5\%$  при  $r = 0,95$  (паспорт на OPP);

погрешность определения объема

$\theta_o = \pm 1,5\%$ , ТО и ТП;

погрешность внесения раствора (откаливание)

$\theta_{отк} = \pm 1,5\%$ , ТО и ТП;

суммарная систематическая относительная погрешность определения активности составляет:

$$\theta = 1,1 \cdot \sqrt{\theta_A^2 + \theta_o^2 + \theta_{отк}^2} = 5,4\%.$$

Министерство здравоохранения СССР  
ордена Ленина Институт биофизики

**Свидетельство МА МВИ ИБФ 15/1-89  
о метрологической аттестации методики  
выполнения измерений  
"Цезий-137. Определение в пищевых продуктах"**

На основании результатов метрологической аттестации, проведенной в августе 1989 г. (распоряжение по отделам №№ 1 и 18 от 08.08.89), данная МВИ допускается к применению в Институте биофизики для выполнения научных исследований и рекомендуется для использования радиологическими подразделениями санэпидстанций и служб, осуществляющих контроль за содержанием радионуклидов в объектах окружающей среды.

**Результаты метрологической аттестации, проведенной  
на установке УМФ-3**

1. Значение показателя точности измерений.

1.1. Основная погрешность измерений на уровне минимально измеряемой активности не превышает 30% при доверительной вероятности 0,95 (при статистической погрешности измерения 23%).

1.2. Минимальная измеряемая активность составляет 0,8 Бк/пробу при основной погрешности 30%.

2. Значение нормативов точности.

2.1. Значение скорости счета фона измерительной установки и скорости счета контрольного источника не превышает значение двух средних квадратических отклонений.

2.2. Значение химического выхода составляет не менее  $72 \pm 8\%$ .

Заместитель директора Л.А. Булдаков

Главный метролог Ю.С. Степанов