



Утверждаю  
Руководитель Федеральной  
службы по надзору в сфере  
защиты прав потребителей  
и благополучия человека,  
Главный государственный  
санитарный врач  
Российской Федерации  
Г.Г.ОНИЩЕНКО  
23 апреля 2009 года

Дата введения:  
20 июня 2009 года

### 4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

#### СТРОНЦИЙ-90. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

##### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ МУК 4.3.2503-09

1. Разработаны Федеральным государственным учреждением "Федеральный медицинский биофизический центр им. А.И. Бурназяна".
2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 24 марта 2009 г. N 1).
3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 23 апреля 2009 г.
4. Введены в действие с 20 июня 2009 г.
5. Введены взамен Методических указаний N 5778-91 "Стронций-90. Определение в пищевых продуктах" от 04.01.91.

#### 1. Область применения

Методические указания устанавливают методику выполнения измерения активности стронция-90 ( $^{90}\text{Sr}$ ) в пробах пищевых продуктов.

Данный метод позволяет определить содержание стронция-90 ( $^{90}\text{Sr}$ ) в пищевых продуктах по дочернему иттрию-90 ( $^{90}\text{Y}$ ) тремя способами:

- прямое выделение равновесного иттрия-90 в виде оксалата иттрия;
- прямое выделение иттрия-90 в виде фосфата иттрия;
- выделение иттрия-90 после радиохимической очистки стронция-90.

Диапазон измерений (0,2 - 200) Бк позволяет использовать методику для определения содержания стронция-90 в пищевых продуктах с целью мониторинга, контроля за уровнем поступления его в организм человека с рационом и оценки дозы внутреннего облучения.

#### 2. Нормативные ссылки

В настоящих методах контроля использованы ссылки на следующие нормативные документы.

1. СП 2.6.1.758-99. "Нормы радиационной безопасности (НРБ-99)".
2. СП 2.6.1.799-99. "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99)".
3. СанПиН 2.3.2.1078-01. "Гигиенические требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов".
4. МИ 2453-2000. "Рекомендации. Методики радиационного контроля. Общие требования".
5. ГОСТ Р 8.563-96. ГСИ (Изд. 2002 г.). "Методики выполнения измерений".
6. ГОСТ 8.033-96. ГСИ. "Государственная поверочная схема для средств измерения активности"



радионуклидов, потока и плотности потока альфа- и бета-частиц и фотонов радионуклидных источников".

7. ГОСТ 8.207-76. ГСИ. "Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения".

8. ГОСТ Р ИСО 5725-1-6-2002. "Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений".

9. ГОСТ 12.0.003-74. ССБТ. "Опасные и вредные производственные факторы".

10. ГОСТ 12.1.019-79. ССБТ. "Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты".

11. ГОСТ 12.1.10-76. ССБТ. "Взрывобезопасность. Общие требования".

12. ГОСТ 12.1.004-91. ССБТ. "Пожарная безопасность. Общие требования".

13. РМГ 60-2003. ГСИ. "Смеси аттестованные. Общие требования к разработке".

### 3. Термины и определения

В настоящем документе принята терминология в соответствии с НРБ-99 и ОСПОРБ-99. В дополнение к ним используются следующие термины:

Минимальная измеряемая активность  $A_{\text{мин}}$  - активность радионуклида в счетном образце, при измерении которой на данной радиометрической установке за время экспозиции один час относительная случайная (статистическая) погрешность результата измерений составляет 50% при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

Радиометрическая установка - техническое средство (радиометр, спектрометр) для измерения активности (удельной активности) радионуклидов в счетном образце.

Носитель - вещество, которое, будучи связано с ничтожно малым количеством другого вещества, пронесит последнее через весь химический или физический процесс.

Химический выход радионуклида - отношение количества носителя радионуклида в измеряемом образце к количеству носителя этого радионуклида в пробе.

### 4. Основные положения

#### 4.1. Основные физико-химические свойства стронция-90

Стронций-90 - наиболее важный радиоактивный изотоп стронция, чистый бета-излучатель со средней энергией 195,8 кэВ. Период полураспада  $T = 28,6$  года. По химическим свойствам сходен с кальцием и барием. При его распаде образуется иттрий-90 со средней энергией 934,8 кэВ и периодом полураспада  $T = 61,1$  ч.

Основной путь поступления стронция-90 в организм человека - по пищевым цепям с рационом человека. Стронций-90, являясь остеотропным элементом, накапливается в костной ткани и вносит основной вклад в дозу внутреннего облучения.

Для наблюдения и контроля за уровнем поступления стронция-90 в организм человека с рационом производят измерение содержания его в пищевых продуктах.

Полученные значения удельной активности стронция-90 в пищевых продуктах позволяют проследить за динамикой накопления его в организме и оценить дозу внутреннего облучения.

#### 4.2. Метод определения

Метод определения стронция-90 основан на переводе данного радионуклида в раствор путем растворения золы пищевых продуктов в концентрированной азотной кислоте. В зависимости от группы пищевых продуктов и степени их загрязненности стронций-90 определяется тремя способами:

- 1) прямое выделение равновесного  $^{90}\text{Y}$  в виде оксалата иттрия;
- 2) прямое выделение  $^{90}\text{Y}$  в виде фосфата иттрия;
- 3) выделение  $^{90}\text{Y}$  после радиохимической очистки  $\text{Sr}$ .

Измерение выделенного препарата  $^{90}\text{Sr}$  производится по дочернему  $^{90}\text{Y}$  на низкофоновых радиометрах или бета-спектрометрах в режиме измерения проб после радиохимического анализа, отградуированных по  $^{90}\text{Y}$ , при минимальной измеряемой активности 0,2 - 0,5 Бк в счетном образце.



Значение чувствительности радиометров определяется при градуировке установки с использованием образцового радиоактивного раствора  $^{90}\text{Sr}$  <->  $^{90}\text{Y}$  (Прилож. 1, 2).

Длительность анализа - 12 ч (без подготовки проб к анализу и накопления дочернего  $^{90}\text{Y}$ ). Один лаборант одновременно может делать 4 пробы.

#### 4.3. Требования к погрешности измерения и приписные характеристики погрешности измерения

4.3.1. Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в табл. 4.1.

Таблица 4.1

#### ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ, ЗНАЧЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ, ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ И ПРАВИЛЬНОСТИ

Наименование определяемого компонента, диапазон измерений	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), сигма, % $\sigma$	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), сигма, % $R$	Показатель правильности (границы относительной среднее квадратической погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), +/- дельта, % $\delta$	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$ ), +/- дельта, % $\delta$
Стронций-90 Диапазон измерений от 0,2 Бк до 200 Бк	11	15	10	35

4.3.2. Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний.

Значение чувствительности радиометров получается при градуировке установки с использованием образцовых радиоактивных растворов (Прилож. 1, 2).

Значение чувствительности бета-спектрометров получается при градуировке установки с использованием образцовых объемных источников и вводится в программу расчета на ПЭВМ (Инструкция по использованию установки).

#### 5. Средства измерения, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

##### 5.1. Основные средства измерения

Таблица 5.1

#### СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕКОМЕНДУЕМЫЕ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ МЕТОДИКИ

Наименование средств измерений	Обозначение стандарта, ТУ, ТД на изготовление	Наименование измеряемой физической величины	Погрешность (на уровне $A$ ) мин
Установка с малым	ТУ 25-11-162-68	Скорость	25% при



фоном - УМФ-1500		-1 счета, с	P = 0,95
Бета-радиометр УМФ-2000	N Госреестра 16294-97	Скорость -1 счета, с	25% при P = 0,95
Бета-спектрометр "Прогресс"	ТУ 4362-001-31867313-95	Скорость -1 счета, с	50% при P = 0,95
Образцовый радиоактивный раствор (ОРР) стронция-90	ТУ И-170-71	Активность, Бк/г	5% при P = 0,95
Пипетки емкостью 1, 2, 5 куб. см	ГОСТ 29227-91 ИСО 835-1-81	Объем, куб. см	Погрешность 2% 0,01 мл
Весы лабораторные, типа ВЛТ-200, ВЛТК-500	ГОСТ 24104-2001	Масса, г	Погрешность 2% 0,0005 г
Секундомер	ГОСТ 5072	с	0,2 с
Плазменный фотометр или атомно-абсорбционный фотометр с плазменной ионизацией		Масса, г	4% при P = 0,95
Весы лабораторные равноплечие	ГОСТ 24104-2001	Масса, г	0,05 г

Примечание. Возможно использование других радиометрических установок с последующей проверкой их метрологических характеристик.

## 5.2. Вспомогательное оборудование

Шкаф сушильный термостатируемый	ГОСТ 3765-78
Печь муфельная с терморегулятором до 1000 °С (типа СНОЛ)	ТУ 16-681.051-84 ГОСТ 14919-83
Плитка электрическая	ГОСТ 14919-83
Лампа зеркальная 3 М-8, 220 х 500 для сушки проб	ГОСТ 7328-2001
Набор разновесов	ГОСТ 14919-83
Плитка электрическая с закрытой спиралью	ТУ 64-1-721-78
Аппарат для дистилляции воды Д-Э-4-2	ТУ 5-375-4260-76
Центрифуга	ГОСТ 25336-82
Эксикатор	ГОСТ 23932-90
Центрифужные пробирки на 10 куб. см	ГОСТ 1770-74
Колбы мерные - 50, 100, 500, 1000, 2000 куб. см	
Стаканы термостойкие вместимостью 50, 100, 150, 200, 500 куб. см	ГОСТ 25336-82
Колбы конические вместимостью 500, 1000 куб. см	ГОСТ 1770-74
Воронки диаметром 5, 10 и 15 см	ГОСТ 25336-82
Чашки выпарительные фарфоровые вместимостью 150 - 200 мл	ГОСТ 9147-80
Фильтры бумажные беззольные "белая лента" диаметром 9,0, 12,5 и 15,0 см	ТУ 6-09-1678-86
Бумага фильтровальная лабораторная	ГОСТ 12026-76
Стеклянные палочки длиной 30 см (толстые) и 15 см (тонкие)	
Стеклянные капельницы объемом 25 и 50 куб. см	ГОСТ 25336-82
Бумага индикаторная универсальная для определения рН от 1,0 до 10,0	ТУ 6-09-1181-76

## 5.3. Реактивы

Стронций азотно-кислый, ч.д.а., водный раствор, 50 мг/куб. см по стронцию	ГОСТ 5429-74
--	--------------



Иттрий азотно-кислый, х.ч., водный раствор, 25 мг/куб. см по иттрию	ТУ 6-09-4676-78
Стронций хлористый, 6-водный, ч.д.а., водный раствор, 50 мг/куб. см по стронцию	ГОСТ 4140-74
Церий азотно-кислый, ч.д.а., водный раствор, 20 мг/куб. см по церию	ТУ 6-09-4081-75
Кислота азотная, уд. вес 1,36, х.ч.	ТУ 6-09-4676-78
Кислота щавелевая, 8%-й раствор, х.ч.	ГОСТ 22180-76
Аммиак водный 25%-й, ч.д.а.	ГОСТ 3760-79
Аммиак, водный раствор без СО <sub>2</sub>	
2	
Перекись водорода 30%-й раствор, ч.д.а.	ГОСТ 10929-79
Калий бромноватисто-кислый кристаллический и насыщенный водный раствор, ч.д.а.	ГОСТ 4457-74
Калий йодновато-кислый, ч.д.а., 10,0 и 0,5%-й растворы в 6 н азотной кислоте	ГОСТ 4202-75
Калий фосфорно-кислый однозамещенный, ч.д.а., 10%-й раствор	ГОСТ 4198-75
Калий фосфорно-кислый двузамещенный, ч.д.а., 10%-й раствор	ГОСТ 2493-75
Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118-77
Кислота соляная, 6 н раствор	
Кислота уксусная, х.ч.	ГОСТ 61-75
Аммоний углекислый, х.ч., раствор углекислого аммония насыщенный	ГОСТ 3762-78
Барий хлористый, х.ч., водный раствор, 30 мг/куб. см по барию	ГОСТ 4106-72
Железо хлорное, 6-водное, водный раствор, 10 мг/куб. см по железу	ГОСТ 4147-74
Натрий хромово-кислый, ч.д.а., 3 н водный раствор	ТУ 6-09-91-76
Спирт этиловый, ректификат	ГОСТ 18300-87
Аммоний уксусно-кислый, ч.д.а., 3 н водный раствор	ГОСТ 3117-78
Кальций азотно-кислый, 4-водный, ч.д.а.	ГОСТ 4142-74
Натрий углекислый, безводный	ГОСТ 83-79

## 6. Требования к обеспечению безопасности, экологической безопасности, требования к квалификации исполнителя

### 6.1. Требования безопасности при работе с химическими веществами

При работе с растворами кислот, аммиака и другими химическими реактивами должны выполняться требования инструкций по технике безопасности при работе с химическими веществами, утвержденные руководителем организации.

### 6.2. Требования к радиационной безопасности при работе с источниками ионизирующих излучений

При работе с радиоактивными пробами и образцовыми радиоактивными растворами (ОРР) следует руководствоваться действующими СП 2.6.1.799-99 "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99)" и "Инструкцией по технике безопасности для работающих с радиоактивными веществами и источниками ионизирующих излучений в структурных подразделениях предприятий", утвержденной руководителем организации.

### 6.3. Общие требования безопасности

Все электроустановки и электроаппаратура, используемые при выполнении измерений, должны соответствовать требованиям "Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей" (ПТЭ) и "Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей" (ПТБ).

В помещении для производства работ должны выполняться общие требования пожаро- и взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.004-91, 12.1.010-76.

Помещение для производства работ по данной методике должно соответствовать требованиям "Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99)".



#### 6.4. Требования к квалификации исполнителя

К выполнению химических операций методики и измерений бета-активности допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинский осмотр и не имеющие медицинских противопоказаний. Химическую часть методики могут исполнять специалисты, имеющие квалификацию лаборанта или техника-химика, измерение бета-активности выполняют лица с квалификацией лаборанта или техника-радиометриста.

Перед допуском к работе персонал должен пройти обучение, инструктаж и проверку знаний правил безопасности ведения работ и действующих в организации инструкций.

#### 7. Подготовка к выполнению анализа и измерений

##### 7.1. Подготовка проб для проведения радиохимического определения

Озоление проб проводится тремя способами, в зависимости от вида продуктов и содержания в них радионуклидов. Масса пробы, необходимая для получения достоверных результатов, рассчитывается в соответствии с уровнем минимально измеряемой активности (МИА), используемой измерительной аппаратуры, погрешностью измерения не хуже 60% при доверительной вероятности  $P = 0,95$  и ожидаемой удельной активности радионуклидов в пищевых продуктах на уровне среднего содержания на территории России.

$$M = \frac{A_{\text{мин}}}{A_{\text{п}}} \cdot a \cdot b \text{ (кг)},$$

где:

$M$  – масса продукта, кг;

$A_{\text{мин}}$  – минимально измеряемая активность, Бк;

$A_{\text{п}}$  – предполагаемая удельная активность продукта, Бк/кг;

$a$  – поправка на потери при подготовке проб к анализу (0,5 – 0,8);

$b$  – поправка на химический выход носителя (0,8).

##### 7.1.1. Подготовка проб растительных пищевых продуктов

Навеску пробы 3,0 - 6,0 кг сырого веса, вымытую, очищенную, нарезанную, помещают в сушильный шкаф и высушивают при 100 - 120 °С.

Сухую пробу переносят в фарфоровые чашки и нагревают на электроплитке или под инфракрасной лампой до полного обугливания. Пересыпают в фарфоровые тигли или чашки меньшего размера и помещают в муфельную печь для озоления при 600 - 700 °С. При необходимости совместного определения в пробе

стронция-90 и цезия-137 ( $^{90}\text{Sr}$  и  $^{137}\text{Cs}$ ) озоление производят при 400 - 500 °С во избежание потерь  $^{137}\text{Cs}$ .

Всю полученную золу используют для анализа.

##### 7.1.2. Подготовка пищевых продуктов животного происхождения методом термического разложения

Мясо животных отделяют от костей, нарезают мелкими кусками. Рыбу чистят, отделяют внутренности, голову, плавники, крупную рыбу отделяют от костей, нарезают тушки мелкими кусками. Творог, сыр помещают в фарфоровые чашки. Навеску пробы (2,0 - 5,0 кг сырого веса) высушивают под инфракрасной лампой, обугливают на электроплитке (жир сливают и взвешивают для корректировки массы пробы, взятой для анализа), затем переносят в фарфоровые тигли небольшими порциями и озоляют при 600 - 700 °С или при

400 - 500 °С при совместном определении  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{137}\text{Cs}$ .



### 7.1.3. Подготовка проб пищевых продуктов животного происхождения методом кислотного озоления

Методика предназначена для переведения в раствор проб мяса, молочных продуктов (сгущенного и концентрированного молока, масла, творога, сыра и т.д.) с уровнем суммарной бета-активности 37 Бк/кг и выше. Рекомендуемый объем пробы не более 0,5 кг.

Метод основан на полной минерализации органических проб концентрированной азотной кислотой и перекисью водорода при нагревании. Необходимые реактивы и посуда по п. п. 5.2, 5.3.

Ход анализа.

В стакан емкостью 2 л помещают 500 куб. см концентрированной азотной кислоты, нагревают до кипения и при перемешивании порциями (10 - 20 г) постепенно вносят растворяемую пробу. Обычно эта операция занимает от 1 до 2 ч, 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, стронция, цезия и, продолжая кипячение, порциями (5 - 10 куб. см) 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 еще 200 - 500 куб. см концентрированной азотной кислоты.

Обычно для разложения 0,5 кг пробы достаточно 250 - 500 куб. см азотной кислоты и 100 - 200 куб. см перекиси водорода. После полного разложения пробу охлаждают, застывший жир удаляют, промывают его в отдельной чашке или стакане 6 н 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 куб. см 8%-й щавелевой кислоты или насыщенный раствор щавелево-кислого аммония и приливают 25%-й раствор аммиака до pH 1,5. В осадке оксалатов определяют содержание стронция-90. В фильтрате, при необходимости, можно определить содержание цезия-137 и цезия-134.

### 7.2. Приготовление реактивов

Стронций азотно-кислый, водный раствор, 50 мг/куб. см по стронцию. 17,26 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Иттрий азотно-кислый, водный раствор, 25 мг/куб. см по иттрию. 107,7 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Церий азотно-кислый, 6-водный, водный раствор 20 мг/куб. см по церию. 61,98 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Кислота щавелевая, 8%-й раствор. 80 г кислоты растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Азотная кислота, водный раствор, 6 н. Разводят концентрированную азотную кислоту дистиллированной водой до плотности 1,190.

Калий йодновато-кислый, 10%-й раствор в 6 н азотной кислоте. 100 г соли растворяют в 1000 куб. см 6 н азотной кислоты.

Калий йодновато-кислый, 0,5%-й раствор в 6 н азотной кислоте. 5 г соли растворяют в 1000 куб. см 6 н азотной кислоты.

Калий фосфорно-кислый однозамещенный, 10%-й раствор. 100 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Калий фосфорно-кислый двузамещенный, 10%-й раствор. 100 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Соляная кислота, 6 н. Концентрированную кислоту разбавляют дистиллированной водой до плотности 1,096.

Аммоний углекислый, одноводный, насыщенный раствор. 755 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Натрий хромово-кислый, 10-водный, 3 н водный раствор. 342,15 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Аммоний уксусно-кислый, 3 н водный раствор. 231 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Цезий азотно-кислый, водный раствор, 20 мг/куб. см по цезию. 29,34 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Железо хлорное, 6-водное, водный раствор, 10 мг/куб. см по железу. 48,0 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.





Щавелевая кислота, 1%-й раствор. 10 г кислоты растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Соляная кислота, 1 н. Разбавляют 85 куб. см концентрированной соляной кислоты ч.д.а. дистиллированной водой до 1000 куб. см.

Щавелевая кислота, насыщенный раствор. Растворяют 100 г кислоты в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Стронций хлористый, 6-водный, водный раствор, 50 мг/куб. см по стронцию. 21,74 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Барий хлористый, 2-водный, водный раствор, 30 мг/куб. см по барию. 53,40 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Аммоний щавелево-кислый, 2%-й раствор. 20 г соли растворяют в 1000 куб. см дистиллированной воды.

Уксусная кислота, 6 н раствор. 350 куб. см ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 1000 куб. см.

Аммиак безугольный. 50 г  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  растворяют в 300 куб. см

дистиллированной воды с добавлением 20% NaOH до полного выпадения осадка  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Осадок оставляют на 24 ч. Затем отфильтровывают осадок, промывают

3 - 4 раза аммиачной водой (1:10). Осадок переносят в стакан, разбавляют водой до 600 куб. см. Взбалтывают 3 - 4 раза в течение дня и оставляют отстаиваться. 200 куб. см осветленного раствора приливают к 800 куб. см концентрированного аммиака и оставляют на 4 сут. Через 4 сут. безугольный аммиак готов к использованию при анализе.

### 7.3. Подготовка аппаратуры к выполнению измерений

При выполнении измерений активности посредством регистрации бета-излучения на используемых средствах измерения выполняют требования, изложенные в техническом описании и инструкции по эксплуатации.

Подготовка измерительной установки к работе и вывод ее на рабочий режим осуществляются в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора, методическими указаниями по радиометрическим измерениям радиоактивных препаратов и в соответствии с требованиями программы измерения активности при работе на бета-спектрометре.

Значение скорости счета собственного фона установки, чувствительности установки и нестабильности ее работы принимаются по данным метрологической аттестации или поверки средств измерения. Для контроля стабильности условий проведения измерений в начале рабочего дня не менее 2-х раз измеряют скорость счета фона установки, при этом в измерительную камеру помещают чистую подложку (кювету) и измеряют скорость счета от контрольного источника не менее 5-ти раз. Рассчитывают и соответствующим образом оценивают промежуточное среднее значение скорости счета фона ( $N_{\text{ср.ф.}}$ ) и от

контрольного источника ( $N_{\text{ср.к.и.}}$ ) по формуле:

$$N_{\text{ср.ф.}} = \frac{\sum N_i}{n}, \quad (1)$$

где:

$N_i$  - скорость счета (фона или контрольного источника) при  $i$ -ом измерении, с<sup>-1</sup>;

$n$  - число измерений.

Подготовка к работе бета-спектрометра производится в соответствии с методическими рекомендациями по спектрометрическим измерениям, прилагаемым к спектрометру.

## 8. Выполнение анализа. Определение стронция-90 в пищевых продуктах

### 8.1. Прямое выделение иттрия-90 в виде оксалата

Метод предназначен для определения стронция-90 в продуктах как животного, так и растительного происхождения, загрязненных цезием-137, цезием-134; присутствие радиоизотопов Ce, Zr, Ru допускается в соизмеримых по активности количествах со стронцием-90. Содержание стронция-90 определяют по





дочернему иттрию-90, который осаждают вместе с носителем в виде оксалатов. Очистку иттрия от редкоземельных элементов производят отделением их в виде йодата.

#### Ход анализа.

К навеске золы массой 3,0 - 6,0 кг сырого веса, помещенной в термостойкий стакан емкостью 250 куб. см, приливают по 1 куб. см растворов носителей стронция, иттрия, церия, цезия. Зола растворяют в 25 куб. см концентрированной  $\text{HNO}_3$ , прибавляют 100 куб. см дистиллированной воды,

нагревают до кипения на плитке, охлаждают, и полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр (синяя лента).

Нерастворившиеся частицы отбрасывают. Если остается большой не растворившийся остаток, то его высушивают и озоляют повторно при 400 - 500 °С, растворяют в разбавленной 1:2  $\text{HNO}_3$  при нагревании, фильтраты

объединяют. К фильтрату прибавляют 10 куб. см 8%-й шавелевой кислоты, нагревают, приливают 25%-й раствор аммиака до  $\text{pH} = 1,5$ . Раствор с осадком выдерживают в течение 5 - 10 мин. на кипящей водяной бане, затем охлаждают и осадок фильтруют через фильтр (синяя лента). Фильтрат оставляют для определения в нем при необходимости цезия-137, 134, а осадок, содержащий весь иттрий и часть щелочноземельных элементов, промывают 2 раза 1%-м раствором  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , подсушивают под лампой и сжигают в муфеле при 600 - 700 °С.

Полученные при прокаливании карбонаты растворяют при нагревании в минимальном количестве 6 н  $\text{HNO}_3$  и добавляют 50 куб. см  $\text{H}_2\text{O}$ . Быстро доводят

$\text{pH}$  раствора до 11 безугольным аммиаком, нагревают на водяной бане в течение 10 мин. и центрифугируют выпавший осадок  $\text{Y}(\text{OH})_3$  (избыток аммиака ведет к

частичному растворению  $\text{Y}(\text{OH})_3$ ). Жидкую фазу отбрасывают. Отмечают время

осаждения гидроокиси (между первым осаждением оксалатов и осаждением  $\text{Y}(\text{OH})_3$ )

должно пройти не более 2 - 4 ч).

Для отделения Се гидроокись иттрия растворяют в 10 куб. см концентрированной  $\text{HNO}_3$ , добавляют 1 куб. см раствора носителя церия и

разбавляют водой до 20 - 25 куб. см. Прибавляют 50 - 100 мг кристаллического бромата калия при перемешивании до полного растворения.

Йодат церия осаждают медленным добавлением 5 - 10 куб. см 10%-го раствора  $\text{KIO}_3$  в азотной кислоте (1:2) при непрерывном перемешивании и

охлаждении в ледяной воде. Выпавший осадок йодата церия оставляют на 15 - 20 мин., затем отделяют центрифугированием, промывают 0,5%-м раствором  $\text{KIO}_3$

и отбрасывают.

Раствор и промывочные воды кипятят с добавлением перекиси водорода. В растворе проводят трехкратное переосаждение гидроокиси иттрия. После каждого осаждения гидроокись растворяют в 2 - 5 куб. см концентрированной  $\text{HNO}_3$  с добавлением 50 куб. см воды.

Последний осадок  $\text{Y}(\text{OH})_3$  растворяют в 2 - 5 куб. см концентрированной  $\text{HNO}_3$ , разбавляют 50 куб. см воды и нагревают на плитке или на водяной бане.

К горячему раствору прибавляют 10 куб. см 8%-ной шавелевой кислоты и доводят  $\text{pH}$  до 1,5 концентрированной  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Смесь нагревают 5 мин. на

водяной бане и центрифугируют. Раствор отбрасывают. Осадок оксалатов в центрифужной пробирке три раза промывают порциями этилового спирта по 5 куб. см, затем просушивают в сушильном шкафу при 110 °С (30 мин.). Вместо сушки оксалат может быть прокален при 700 - 800 °С в течение 1 ч. В этом случае весовой формой будет  $\text{Y}_2\text{O}_3$ .

Оксалат (или окись) иттрия наносят на стандартную подложку, взвешивают для расчета химического выхода носителя и измеряют бета-активность иттрия-90.



Выделенный препарат иттрия-90 проверяют на радиохимическую чистоту методом определения периода полураспада. Проверка выделенного препарата иттрия-90 на радиохимическую чистоту проводится сравнением ряда измерений скорости счета препарата с интервалом времени 3 сут.

Величину химического выхода определяют как отношение количества носителя, измеренного после проведения анализа, к количеству его, добавленного в пробу. Относительная погрешность определения химического выхода носителя составит не более 2%.

### 8.2. Прямое выделение равновесного иттрия-90 в виде фосфата иттрия

Метод предназначен для определения стронция-90 в продуктах животноводства (молоко, мясо-молочные продукты, кости).

Метод основан на выделении равновесного иттрия-90 из растворов золы молока, молочных продуктов, костей в виде фосфата иттрия. Метод применим только в тех случаях, когда в пробах к моменту анализа существует радиоактивное равновесие между стронцием-90 и иттрием-90.

#### Ход анализа.

Золу молока растворяют в 50 - 100 куб. см 6 н раствора соляной кислоты. Прибавляют раствор носителя иттрия (100 мг по  $Y O$ ). Разбавляют 2 3 водой в 2 раза и нагревают до 70 - 80 °С. Осаждают фосфат иттрия, приливая при энергичном перемешивании небольшие порции безугольного аммиака до рН = 3 (для костей рН 1,5 - 2,0).

Выделенный осадок фосфата иттрия, содержащий небольшую часть кальция, отфильтровывают, промывают тремя небольшими порциями горячей воды (70 - 80 °С). Записывают время отделения иттрия-90 (час, день, месяц) от стронция-90. Фосфат иттрия растворяют при нагревании в 30 - 40 мл 2 н HCl, добавляют 10 куб. см 10%-го одно- или двузамещенного фосфата калия или 1,0 куб. см  $N P O$ , разбавляют до 150 куб. см  $N O$  и осаждают фосфат безугольным 3 4 аммиаком при рН = 3,0. 2

Осадок фосфата иттрия растворяют в горячей (60 - 70 °С) 2 н соляной кислоте (50 - 100 куб. см), приливают 10 - 20 куб. см насыщенного раствора щавелевой кислоты и осаждают оксалат иттрия, приливая аммиак до рН = 1,5 - 2,0. Осадок отфильтровывают через бумажный фильтр (синяя лента) и три раза промывают порциями 5 куб. см холодного 2%-го раствора щавелево-кислого аммония, после чего осадок высушивают и прокалывают в муфельной печи при 600 °С в течение часа.

Прокаленный осадок растворяют в необходимом (30 - 50 куб. см) объеме 2 н соляной кислоты, кипятят до удаления  $CO$ , разбавляют до 100 куб. см 2 горячей (70 - 80 °С) дистиллированной водой и безугольным аммиаком осаждают гидроокись иттрия. Осадок отфильтровывают. Отфильтрованный и промытый горячей дистиллированной водой (с добавкой безугольного аммиака) осадок гидроокиси иттрия вновь растворяют в 30 - 50 куб. см 2 н соляной кислоты, нагревают до кипения, приливают 5 - 10 куб. см насыщенного раствора щавелевой кислоты и аммиаком доводят рН до 1,5 для осаждения оксалата иттрия.

После охлаждения осадок отфильтровывают, промывают 2%-м раствором щавелево-кислого аммония, высушивают и переносят на взвешенную подложку. Смачивают осадок 3 - 5 каплями спирта для равномерного распределения и закрепления осадка на подложке. Подложку с осадком высушивают. Вычисляют химический выход иттрия. Измеряют скорость счета препарата и рассчитывают концентрацию стронция-90 в пробе. Выделенный препарат иттрия-90 проверяют на радиохимическую чистоту.

Определение химического выхода и проверка на радиохимическую чистоту приводятся в соответствии с п. 8.1.

### 8.3. Выделение иттрия-90 после радиохимической очистки

Метод основан на выделении стронция-90 из соляно-кислого раствора золы пищевых продуктов, радиохимической очистки его от мешающих примесей и последующем определении его по дочернему иттрию-90. Выход носителя стронция определяют пламенно-эмиссионным методом.

Метод применим в случае свежих выпадений стронция-90.

#### Ход анализа.

Навеску золы массой от 0,5 до 3,0 кг сырого веса продукта помещают в термостойкий стакан емкостью 250 - 500 куб. см, вносят носитель стронция (50 мг в расчете на металл), иттрия, цезия и церия (по 20 - 25 мг по металлу). Растворяют золу в 6 н HCl при кипячении. Нерастворившийся остаток фильтруют



через фильтр (белая лента), промывают дистиллированной водой, подкисленной 2 - 3 каплями 6 н HCl и отбрасывают.

К полученному раствору прибавляют концентрированный аммиак до pH = 8, при этом осаждаются гидроокиси железа, алюминия, иттрия, марганца и сосаждаются свинец, уран и другие радионуклиды; pH среды контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги. Дают осадку скоагулироваться в течение 5 - 10 мин.

Гидроокиси из горячего раствора фильтруют через бумажный фильтр (белая лента). Осадок на фильтре и коническую колбу промывают по 2 - 3 раза горячей дистиллированной водой без CO с добавлением 2 - 3 капель аммиака.

2

К полученному фильтрату осторожно прибавляют 15 - 20 г соли углекислого аммония (при отсутствии углекислого аммония применяют для осаждения карбонатов углекислый натрий безводный) и нагревают до тех пор, пока раствор над осадком карбонатов не станет прозрачным, затем прибавляют 3 - 5 куб. см насыщенного раствора углекислого аммония для проверки полноты осаждения. Если не наблюдается помутнения раствора, то осаждение карбонатов проведено полностью.

Осветленную часть раствора декантируют, а оставшийся раствор с осадком карбонатов фильтруют через бумажный фильтр (белая лента). Колбу и фильтр промывают 2 - 3 раза дистиллированной водой. Осадок карбонатов на фильтре растворяют минимальным объемом 6 н HCl. Оставшийся осадок на стенках колбы также растворяют 6 н HCl и объединяют с основным раствором. Колбу и фильтр промывают по 2 - 3 раза горячей подкисленной водой. Общий объем раствора должен быть 50 - 60 куб. см.

При анализе проб, загрязненных "свежими" продуктами деления (до 4-х мес.), необходима радиохимическая очистка стронция от бария. Для этого в раствор, полученный после растворения карбонатов, вносят 1 куб. см хлористого бария (30 мг в расчете на Ba), раствор нейтрализуют аммиаком до pH 4,0 - 5,0 и добавляют 50 куб. см буферной смеси (10 куб. см 6 н уксусной кислоты и 40 куб. см 3 н уксусного аммония). К раствору добавляют 2 куб. см 3 н раствора хромово-кислого натрия и нагревают в течение 20 - 30 мин. до коагуляции осадка (потирая стеклянной палочкой по стенкам стакана). К раствору с осадком хромата бария снова прибавляют 1 куб. см раствора хлористого бария, нагревают в течение 20 - 30 мин. Пробу охлаждают, выпавший осадок отфильтровывают, промывают 3 раза дистиллированной водой по 10 куб. см и отбрасывают. Раствор подкисляют и продолжают анализ.

В этот раствор вносят 1 куб. см FeCl<sub>3</sub> (10 мг в пересчете на Fe) и

3

кипятят 10 - 15 мин. для удаления CO<sub>2</sub>, добавляют небольшими порциями аммиак

2

без CO<sub>2</sub> до образования гидроокисей железа и иттрия, контролируя реакцию

2

раствора с помощью индикаторной бумаги (pH = 8). Осадок гидроокисей фильтруют через бумажный фильтр (белая лента), промывают 2 - 3 раза дистиллированной горячей водой без CO<sub>2</sub>, содержащей несколько капель

2

аммиака. Время отделения гидроокисей фиксируют. Осадок отбрасывают, из раствора осаждают карбонаты.

Фильтрат подкисляют 2 куб. см 6 н HCl, вносят носитель иттрия (15 мг в расчете на металл) и оставляют для накопления иттрия-90.

Через 14 сут. раствор кипятят 15 - 20 мин. для удаления CO<sub>2</sub> и осаждают

2

гидроокись иттрия безугольным аммиаком при pH 8 по индикаторной бумаге.

При необходимости быстрого получения результатов выделение иттрия-90 можно проводить через 3 - 5 сут., не дожидаясь наступления равновесия стронция-90 и иттрия-90. При расчете содержания стронция-90 следует вносить поправку - коэффициент, учитывающий накопление иттрия-90 (Прилож. 3).

Горячий раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр (белая лента), осадок промывают 2 - 3 раза горячей водой с добавлением нескольких капель аммиака. Время отделения иттрия от стронция записывают. Фильтрат оставляют для определения химического выхода стронция. Химический выход определяют пламенно-эмиссионным методом. Погрешность определения выхода носителя составляет 4%.

Осадок на фильтре растворяют в минимальном объеме 6 н HCl. Фильтр промывают подкисленной дистиллированной водой и вносят раствор хлорида или нитрата стронция - 5 - 10 мг в расчете на металл.

Повторяют осаждение гидроокиси иттрия аммиаком (без CO<sub>2</sub>). Раствор с

2

осадком центрифугируют, раствор отбрасывают, осадок промывают 2 раза дистиллированной водой без CO<sub>2</sub> с добавлением 2 - 3 капель аммиака.

2

Центрифугируют, раствор отбрасывают. Вместо центрифугирования допустимо фильтрование гидроокисей через бумажный фильтр (белая лента) и оксалатов через бумажный фильтр (синяя лента). В обоих случаях осадок промывается на фильтре.



Осадок в пробирке растворяют минимальным объемом 1 н HCl, добавляя кислоту по каплям до полного растворения осадка. К полученному раствору (1,0 - 1,5 куб. см) добавляют насыщенный раствор щавелевой кислоты до объема 8 - 10 куб. см и ставят на водяную баню для коагуляции осадка оксалата иттрия (10 мин.).

Содержимое пробирки центрифугируют, раствор сливают, а осадок промывают дважды горячей дистиллированной водой и 1 раз этиловым спиртом (4 - 5 куб. см), каждый раз жидкую и твердые фазы разделяют центрифугированием. Жидкую фазу отбрасывают. Осадок оксалата иттрия переносят этиловым спиртом на предварительно взвешенную алюминиевую подложку (d = 2 см), сушат под зеркальной лампой (50 °С) до постоянного веса. Осадок с подложкой взвешивают для определения химического выхода иттрия, аналогично п. 8.1. Подложку с осадком измеряют на низкофоновой бета-радиометрической установке. Определение радиохимической чистоты полученного препарата проводится в соответствии с п. 8.1.

## 9. Проведение измерения выделенного препарата иттрия-90

### 9.1. Радиометрический метод измерения иттрия-90

Исследуемый препарат иттрия-90 поместить в измерительную камеру установки и ориентировочно оценить скорость счета пробы один раз за 1 - 2 мин. (N). Зафиксировать время начала измерения.

Время измерения исследуемого образца (t) пробы для доверительной вероятности P = 0,95 определить по формуле:

$$t = 4 \times 100^2 \times (N + 2N_{\text{ср.ф.}})^2 / (s^2 \times N^2), \text{ с.} \quad (2)$$

где:

4 - коэффициент при доверительной вероятности P = 0,95;

100 - коэффициент для выражения относительной случайной погрешности (s), %;

N - предварительно измеренное численное значение скорости счета от

измеренного образца (без фона), с<sup>-1</sup>;

s - относительная случайная погрешность измерения пробы при P = 0,95 по результатам аттестации методики, %;

$N_{\text{ср.ф.}}$  - среднее значение скорости счета фона, с<sup>-1</sup>,

$$N_{\text{ср.ф.}} = \text{SUM } N_{i.\text{ф.}} / n.$$

Скорость счета от исследуемой пробы ( $N_{\text{пр}}$ ) за время t измерить не менее двух раз. Рассчитать среднюю скорость счета пробы ( $N_{\text{ср.пр.}}$ ) по формуле:

$$N_{\text{ср.пр.}} = \text{SUM } (N_{i.\text{пр.}} - N_{\text{ф}}) / n, \quad (3)$$

где:

$N_{i.\text{пр.}}$  - скорость счета пробы с фоном, с<sup>-1</sup>;

$N_{\text{ф}}$  - скорость счета фона установки, с<sup>-1</sup>;

n - число измерений.

### 9.2. Спектрометрическое измерение иттрия-90

Спектрометрическое измерение производят в соответствии с методикой измерения на бета-спектрометре и программным обеспечением в режиме измерения проб после радиохимического выделения.



## 10. Обработка результатов измерения иттрия-90

### 10.1. Обработка результатов радиометрического измерения иттрия-90

Активность (A) стронция-90 (по иттрию-90) в пищевых продуктах рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{N_{\text{ср.пр.}}}{(a \times b \times f_1 \times f_2 \times F)}, \text{ Бк}, \quad (4)$$

где:

- $N_{\text{ср.пр.}}$  - средняя скорость счета пробы, с<sup>-1</sup>;
- a - поправка на химический выход иттрия, доли;
- b - поправка на химический выход стронция, доли;

Примечание.

В официальном тексте документа, видимо, допущена опечатка: имеется в виду Приложение 3, а не Приложение 1.

$f_1$  - коэффициент, учитывающий распад иттрия-90 от момента отделения иттрия-90 от стронция-90 до момента измерения бета-излучения (Прилож. 1);  
 $f_2$  - коэффициент, учитывающий накопление иттрия-90 в растворе стронция-90 до момента измерения бета-излучения (Прилож. 1);  
 F - чувствительность установки (по свидетельству об аттестации СИ).  
 Удельную активность (A<sub>уд</sub>) стронция-90 (по иттрию-90) рассчитывают по формуле:

$$A_{\text{уд}} = A_0 / P_0, \text{ Бк/кг}, \quad (5)$$

где P<sub>0</sub> - вес пробы, взятой на анализ, кг.

### 10.2. Обработка результатов бета-спектрометрического измерения иттрия-90

Обработка результатов при спектрометрическом измерении производится в соответствии с программой расчета для конкретного спектрометра.

## 11. Оформление результатов измерения

Результат измерения (A<sub>уд</sub>) должен быть представлен в виде:

$$A_{\text{уд}} \pm \text{ДЕЛЬТА}, (P = 0,95),$$

где:

- A<sub>уд</sub> - активность стронция-90 (по иттрию-90), Бк/кг;
  - ДЕЛЬТА - значение характеристики погрешности, Бк/кг (из свидетельства о МА МВИ);
  - дельта - относительная среднеквадратическая погрешность при вероятности P = 0,95, %;
  - ДЕЛЬТА = 0,01 дельта A, значения дельта приведены в табл. 4.1.
- Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$A_{\text{уд}} \pm \text{ДЕЛЬТА}_л, (P = 0,95), \text{ при условии } \text{ДЕЛЬТА}_л < \text{ДЕЛЬТА}_л$$



где:

А – результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики, Бк/кг;  
 $\pm$  ДЕЛЬТА<sub>л</sub> – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

## 12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

12.1. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерения (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

12.2. Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля (аттестованных смесей).

12.2.1. Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры (К<sub>к</sub>) с нормативом контроля (К).

12.2.2. Результат контрольной процедуры (К<sub>к</sub>) рассчитывают по формуле:

$$K_k = |X - C|,$$

где:

X – результат контрольного измерения активности иттрия-90 в образце для контроля;

C – аттестованное значение образца для контроля.

12.2.3. Норматив контроля К<sub>к</sub> рассчитывают по формуле:

$$K_k = \text{ДЕЛЬТА}_{л},$$

где ДЕЛЬТА<sub>л</sub> – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля, ДЕЛЬТА<sub>л</sub> = 0,01 дельта С.

Значения ДЕЛЬТА<sub>л</sub> установлены в лаборатории.

12.2.4. Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:  $K_k < K_k(1)$ .

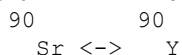
При невыполнении условия (1) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

12.2.5. Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются Руководством по качеству лаборатории.





МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННОГО РАСТВОРА



1. Назначение и область применения методики

Методика устанавливает приготовление из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР)  ${}^{90}\text{Sr} \leftrightarrow {}^{90}\text{Y}$  образца активности  ${}^{90}\text{Sr} \leftrightarrow {}^{90}\text{Y}$  с удельной активностью в диапазоне 5 - 10 Бк, предназначенного для определения чувствительности низкофоновых бета-радиометров. Образцы активности могут использоваться для контроля точности выполнения измерений по используемой методике "Стронций-90. Определение удельной активности в пищевых продуктах".

2. Метрологическая характеристика

Аттестованное значение - удельная активность в диапазоне 5 - 10 Бк.

3. Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Средства измерения:

Колбы мерные вместимостью 1000 куб. см,

25 куб. см, 2-100-2

ГОСТ 1770-74У

Пипетки 1,0 куб. см

ГОСТ 29227-91

Реактивы:

Азотная кислота

ТУ 6-09-4676-78

4. Процедура приготовления

Приготовление водного раствора 1 н азотной кислоты:

63 куб. см концентрированной азотной кислоты разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 1000 куб. см.

Для приготовления образца активности используется образцовый радиоактивный раствор (ОРР) 2-го разряда, с удельной массовой активностью  $1,22 \times 10^3$  Бк/г, масса раствора  $5 \pm 0,5$  г, pH = 1 по  $\text{HNO}_3$ . Погрешность

определения удельной массовой активности 5% при P = 0,95. Пипеткой вносят 0,1 куб. см (или 0,2 куб. см) образцового радиоактивного раствора в мерную колбу объемом 25 куб. см, в которую предварительно внесено 10 куб. см 1 н  $\text{HNO}_3$ , взбалтывают раствор и доводят объем раствора до метки на колбе 1 н  $\text{HNO}_3$ .

5. Характеристика погрешности

Характеристика погрешности удельной массовой активности ОРР (ДЕЛЬТА<sub>1</sub>) -

5% с вероятностью 0,95.

Характеристика погрешности вместимости колбы объемом 25 куб. см (ДЕЛЬТА<sub>2</sub>) - 0,2 мл - 0,8%.

Характеристика погрешности объема пипетки на 1 куб. см (ДЕЛЬТА<sub>3</sub>) -

0,01 мл - 1%.

Значение погрешности аттестованного раствора с вероятностью 0,95 рассчитывают по формуле:

$$\text{ДЕЛЬТА} = \sqrt{\frac{\text{ДЕЛЬТА}_1^2}{1} + \frac{\text{ДЕЛЬТА}_2^2}{2} + \frac{\text{ДЕЛЬТА}_3^2}{3}} = \sqrt{5^2 + 0,8^2 + 1^2} = 5,2\%$$



**МЕТОДИКА  
ПРИГОТОВЛЕНИЯ ИЗ ОБРАЗЦОВОГО РАДИОАКТИВНОГО  
РАСТВОРА АТТЕСТОВАННОГО ОБРАЗЦА АКТИВНОСТИ СТРОНЦИЯ-90  
В ТВЕРДОТЕЛЬНОМ РАДИОМЕТРИЧЕСКОМ ИСТОЧНИКЕ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ**

Государственный научный центр - Институт биофизики

1. Назначение и область применения

Методика регламентирует приготовление из аттестованного образцового радиоактивного раствора (ОРР) образца активности стронция-90 в твердотельном радиометрическом источнике бета-излучения, предназначенного для метрологического обеспечения контроля качества измерений низкофоновых бета-радиометров или бета-спектрометров, аттестованных в соответствующем порядке.

Образцы активности используются для периодической градуировки бета-радиометров, т.е. проверки их чувствительности, и для определения метрологических характеристик используемых МВИ. Образцы активности могут использоваться для контроля точности выполнения измерений по МУК "Стронций-90. Определение удельной активности в пищевых продуктах".

2. Метрологические характеристики

**Примечание.**

В официальном тексте документа, видимо, допущена опечатка: имеется в виду Приложение 1, а не Приложение 3.

Для определения чувствительности используется аттестованный раствор (смесь), приготовленный в лабораторных условиях в соответствии с РМГ 60-2003 из ОРР  $^{90}\text{Sr} \leftrightarrow ^{90}\text{Y}$  (Прилож. 3).

3. Средства измерения, вспомогательные устройства,  
реактивы и материалы

3.1. Средства измерения

Колбы мерные вместимостью 25, 100 куб. см	ГОСТ 1770-74У
Пипетки 1,0, 5,0 куб. см	ГОСТ 29227-91
Радиометр низкофоновый УМФ-6, бета-спектрометр "Прогресс-бета"	

3.2. Вспомогательные устройства и материалы

Стаканы термостойкие вместимостью 100, 200 куб. см	ГОСТ 25336-82
Воронки диаметром 10, 15 см	ГОСТ 25336-82
Стеклянные капельницы объемом 50 куб. см	ГОСТ 25336-82
Стеклянные палочки длиной 30 см	ГОСТ 25336-82E
Фильтры бумажные беззольные "белая лента" диаметром 9,0, 12,5 и 15,0 см	ТУ 6-09-1678-86
Папиросная или конденсаторная бумага	
Клей канцелярский	

3.3. Реактивы и материалы

Стронций азотно-кислый, водный раствор, 50 мг/куб. см по стронцию	
Иттрий азотно-кислый, водный раствор, 25 мг/куб. см по иттрию	
Кислота щавелевая, 8%-й раствор	
Кислота азотная, уд. вес 1,36, х.ч.	ТУ 6-09-4676-78
Азотная кислота, водный раствор, 6 н	
Аммиак водный 25%-ный, ч.д.а.	ГОСТ 3760-79
Аммиак, водный раствор без CO <sub>2</sub>	



Аммоний углекислый, х.ч., раствор углекислого аммония насыщенный	ГОСТ 3762-78
Метилловый оранжевый, индикатор	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-79
Спирт этиловый, ректификат	ГОСТ 18300-67

#### 4. Процедура приготовления образца активности

Исходя из удельной активности, указанной в паспорте образцового раствора, рассчитать объем приготовленного аттестованного раствора, который необходимо взять для получения активности 10 - 20 Бк в твердотельном радиометрическом источнике стронция-90. При этом относительная случайная погрешность измерения пробы должна быть не выше 5% при  $P = 0,95$ .

В стакан вместимостью 100 куб. см вносят 30 - 40 куб. см 6 н  $HNO_3$ , 50 куб. см дистиллированной воды, в качестве носителей вносят по 1 куб. см титрованного раствора соли стронция и иттрия. Пипеткой отмеряют необходимый объем аттестованного раствора стронция-90 в равновесии с иттрием-90.

Быстро доводят безугольным аммиаком раствор до  $pH = 11$ , нагревают на водяной бане в течение 10 мин. и центрифугируют выпавший осадок  $Y(OH)_3$ .

Отмечают время осаждения гидроокиси иттрия. Осадок растворяют в концентрированной  $HNO_3$ , разбавляют 50 куб. см дистиллированной воды, нагревают на плитке или водяной бане. К горячему раствору прибавляют 10 куб. см 8%-й щавелевой кислоты или насыщенного раствора щавелево-кислого аммония и доводят  $pH$  до 1,5 концентрированным  $NH_4OH$ . Осадок фильтруют через

фильтр "синяя лента", промывают водой с несколькими каплями аммиака (аммиачной водой), затем три раза этиловым спиртом, высушивают на воздухе и прокаливают в муфеле при 600 - 700 °C в течение часа. Весовой формой будет оксид иттрия ( $Y_2O_3$ ).

При работе на установках с торцовым счетчиком типа СБТ-13 твердый экстракт поместить на подложку, диаметр которой зависит от окна счетчика, или в измерительную кювету бета-спектрометра.

Оксид иттрия наносят на стандартную подложку, взвешивают для определения химического выхода носителя и измеряют бета-активность иттрия-90.

При работе на установках с цилиндрическим счетчиком типа СТС-5 (СТС-10) осадок иттрия-90 нанести на мишень из кальки размером 3 x 6 см (рабочая поверхность) и заклеить папиросной или конденсаторной бумагой. Измерение выделенного препарата иттрия-90 проводится в соответствии с п. п. 9.1, 9.2 МВИ.

#### 5. Обработка результатов измерения иттрия-90

Чувствительность установки (F) рассчитывают по формуле:

$$F = \frac{N}{\text{ср.пр.}} / (A \times a \times f),$$

где:

A - активность стронция-90 в аттестованном растворе, внесенная в пробу;

N - средняя скорость счета пробы, с ;

a - поправка на химический выход иттрия-90;

f - коэффициент, учитывающий распад иттрия-90 от момента выделения до момента измерения бета-излучения.



ЗНАЧЕНИЯ ПОПРАВочНЫХ КОЭФФИЦИЕНТОВ  
90  
НА РАСПАД И НАКОПЛЕНИЕ  $\gamma$

Время (t) распада (накопления), ч	Поправка на распад, -лямбда t (e <sup>-</sup> )	Поправка на накопление, -лямбда t (1 - e <sup>-</sup> )	Время (t) распада (накопления), ч	Поправка на распад, -лямбда t (e <sup>-</sup> )	Поправка на накопление, -лямбда t (1 - e <sup>-</sup> )
3	0,97	0,03	120 (5 сут.)	0,27	0,73
6	0,93	0,07	144 (6 сут.)	0,20	0,80
9	0,91	0,09	166 (7 сут.)	0,17	0,84
12	0,88	0,12	192 (8 сут.)	0,12	0,86
24	0,77	0,23	216 (9 сут.)	0,09	0,91
36	0,68	0,32	240 (10 сут.)	0,07	0,93
48	0,59	0,41	264 (11 сут.)	0,06	0,94
64	0,5	0,5	288 (12 сут.)	0,04	0,96
72 (3 сут.)	0,47	0,53	312 (13 сут.)	0,03	0,97
96 (4 сут.)	0,35	0,65	360 (15 сут.)	0,02	0,98



90

СРЕДНЕЕ СОДЕРЖАНИЕ <sup>90</sup>Sr В ОСНОВНЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ  
НА ТЕРРИТОРИИ РОССИИ

Продукт	Предполагаемая удельная активность в продуктах, Бк/кг
Молоко	0,04
Картофель	0,16
Хлеб	0,05
Овощи	0,07
Мясо	0,05
Рыба (тушка)	0,10
Ягоды дикорастущие	0,50
Грибы	0,10

БИБЛИОГРАФИЯ

1. Ядерный словарь. Международный стандарт ISO-150921, 1997. (E/F/R). Разработай ТКISO/85, Ядерная энергия.
2. Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды /Под ред. А.Н. Мареев и А.С. Зыковой. М.: Атомиздат, 1980. Определение стронция-90 в пищевых продуктах.
3. Методические указания N 5778-91 "Стронций-90. Определение в пищевых продуктах". Министерство здравоохранения СССР. М., 1991.
4. Схемы распада радионуклидов, энергия и интенсивность излучения. Рекомендации МКРЗ. М.: Энергоатомиздат, 1987.