

---

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(EASC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)

---



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

**ГОСТ ISO  
13165-3**

*(проект, ВУ,  
первая редакция)*

---

## КАЧЕСТВО ВОДЫ

Радий-226

Часть 3

**Метод испытания с использованием совместного  
осаждения и гамма-спектрометрии**

**(ISO 13165-3:2016, IDT)**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

## Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4.

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № \_\_\_\_ от \_\_\_\_ \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.)

За принятие стандарта проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004—97 | Код страны по МК (ISO 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
|   |                                    |   |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 13165-3:2016 «Качество воды. Радий-226. Метод испытания с использованием совместного осаждения и гамма-спектрометрии» («Water quality — Radium-226 — Part 3: Test method using coprecipitation and gamma-spectrometry», IDT)

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Измерения радиоактивности» технического комитета по стандартизации ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Госстандарте Республики Беларусь.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

## ГОСТ ISO 13165-3

(проект, ВУ, первая редакция)

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

## Введение

В окружающей среде существуют источники радиоактивности природного и искусственного происхождения. Таким образом, водные объекты (поверхностные воды, грунтовые воды, морские воды) могут содержать радионуклиды природного и искусственного происхождения.

Природные радионуклиды, в том числе калий-40, а также радионуклиды радиоактивного ряда тория и урана, в частности, радий-226, радий-228, уран-234, уран-238 и свинец-210, могут присутствовать в воде по естественным причинам (например, десорбция из почвы и смыв дождевой водой) или являться следствием выбросов технологических процессов, связанных с радиоактивными материалами природного происхождения (например, добыча и переработка минерального песка или производство и применение фосфатных удобрений).

Радионуклиды искусственного происхождения, такие как трансурановые элементы (амерций, плутоний, нептуний, кюрий), тритий, углерод-14, стронций-90 и гамма-излучающие радионуклиды могут быть также найдены в природных водах, поскольку их выброс в окружающую среду разрешен на регулярной основе в небольших количествах при сбросе сточных вод из установок ядерного топливного цикла. Они также попадают в окружающую среду после использования различных герметичных источников в медицине или промышленности. Присутствие радионуклидов в воде также связано с последствиями взрывов ядерных устройств, а также аварий на Чернобыльской АЭС и АЭС Фукусима.

Таким образом, питьевая вода может содержать радионуклиды объемной активности которые могут представлять опасность для здоровья человека. Для оценки качества питьевой воды (включая минеральные и талые воды) в части содержания в ней радионуклидов и предоставления рекомендаций по снижению рисков для здоровья путем принятия мер по снижению объемной активности радионуклидов, водные ресурсы (подземные воды, реки, озера, моря и т. д.) и питьевая вода контролируются на предмет их радиоактивности в соответствии с рекомендациями Всемирной организации здравоохранения (ВОЗ) и требованиями национальных органов.

Разработка стандарта на метод испытаний объемной активности радия-226 в пробах воды обоснована по отношению к испытательным лабораториям, выполняющим такие измерения. Национальные органы часто требуют, чтобы все измерения осуществлялись согласно стандартам и, поэтому, для лабораторий существует необходимость быть аттестованными для измерения радионуклидов в пробах питьевой воды.

Объемная активность радия-226 может сильно варьировать в зависимости от местных геологических и климатических характеристик и составляет от 0,001 Бк/л в поверхностных водах до 50 Бк/л в природных грунтовых водах, при этом, нормативный уровень для радия-226 в питьевой воде, рекомендованный ВОЗ, составляет 1 Бк/л (см. ссылку [13]).

Примечание – Нормативный уровень – это объемная активность (округленная до ближайшего десятичного знака) при потреблении 2 л/сут питьевой воды в течение 1 года, в результате которого эффективная доза для населения составляет 0,1 мЗв/год. Такая эффективная доза представляет собой крайне низкий уровень риска, который не приведет к появлению какого-либо обнаружимого негативного воздействия на здоровье.

Настоящий стандарт входит в серию стандартов по определению объемной активности радионуклидов в пробах воды.

КАЧЕСТВО ВОДЫ  
Радий-226  
Часть 3  
Метод испытания с использованием  
совместного осаждения и гамма-спектрометрии

Water quality  
Radium-226  
Part 3  
Test method using coprecipitation and gamma-spectrometry

---

Дата введения — \_\_\_\_\_

**Предостережение.** Применение настоящего стандарта возможно после ознакомления с требованиями установившейся лабораторной практики. Настоящий стандарт не преследует цели рассмотреть все вопросы безопасности, связанные с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности, охраны труда и установление необходимых ограничений при применении настоящего стандарта несет его пользователь.

**Внимание.** Необходимо, чтобы испытания в соответствии с настоящим стандартом проводились квалифицированным персоналом.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения объемной активности радия-226 ( $^{226}\text{Ra}$ ) во всех видах воды с использованием совместного осаждения и последующей гамма-спектрометрией (см. ISO 18589-3).

Метод, описанный в настоящем стандарте, применяется для определения объемной активности растворимого  $^{226}\text{Ra}$ , составляющего более 0,02 Бк/л в любом виде воды, и при использовании объема проб от 1 до 100 л.

Для проб воды, объем которых менее 1 л, напрямую применяются гамма-спектрометрия с более высоким пределом детектирования в соответствии с ISO 10703.

Примечание – Метод испытания, описанный в настоящем стандарте, также позволяет определить изотопы радия  $^{223}\text{Ra}$ ,  $^{224}\text{Ra}$  и  $^{228}\text{Ra}$ .

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ISO 5667-3, Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples (Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Консервация и обработка проб воды)

ISO 10703:2007 Water quality — Determination of the activity concentration of radionuclides — Method by high resolution gamma-ray spectrometry (Качество воды. Определение объемной активности радионуклидов. Метод гамма-лучевой спектрометрии с высокой разрешающей способностью)

ISO 11929, Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation — Fundamentals and application (Определение характеристических пределов (порога принятия решения, предела обнаружения и пределов доверительного интервала) для измерений ионизирующего излучения. Основные положения и применение)

ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий)

ISO 80000-10, Quantities and units — Part 10: Atomic and nuclear physics (Величины и единицы. Часть 10. Атомная и ядерная физика)

# ГОСТ ISO 13165-3

(проект, ВУ, первая редакция)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины и определения, установленные в ISO 80000-10, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **активность** (activity): Отношение числа спонтанных ядерных распадов в определенном количестве веществ, происходящих за небольшой интервал времени, к этому интервалу времени (Источник: ISO 921:1997, 23).

3.2 **стандартный образец** (reference standard): Образец, как правило, имеющий наивысшее метрологическое качество, имеющийся в продаже в установленном месте, и на основе которого выполняют измерения.

3.3 **рабочий стандартный образец** (working standard): Образец, качество которого, как правило, устанавливается по результату сравнения со стандартным образцом (3.2) и используется для калибровки или поверки материальных мер, измерительных приборов или стандартных материалов. Он может быть использован в качестве раствора с известной активностью (3.1), полученного путем точного разбавления или растворения стандартного образца.

## 4 Символы

В настоящем стандарте применяют символы, установленные в ISO 11929 и ISO 80000-10, а также следующие символы.

Таблица 1 – Перечень символов

|   |   |
|---|---|
| $V$   | Объем анализируемой пробы, л.   |
| $A$   | Активность каждого радионуклида в калибровочном источнике на дату калибровки, Бк  |
| $C_A, C_{Ac}$                               | Объемная активность $^{226}\text{Ra}$ без коррекции либо с ней, Бк/л  |
| $M_{\text{sulfate}}$                        | Масса сульфата бария, г   |
| $M_{\text{nitrate}}$                        | Масса нитрата бария, г  |
| $M_{\text{carbonate}}$                      | Масса карбоната бария, г  |
| $t_g$                                       | Время счета спектра пробы, с  |
| $t_0$                                       | Время счета спектра фона, с   |
| $t_s$                                       | Время счета калибровочного спектра, с   |
| $n_N, n_{NO}, n_{Ns}$                       | Число отсчетов в чистой площади рассматриваемого пика с энергией $E$ в пробе, в фоновом и калибровочном спектрах соответственно   |
| $n_g, n_{g0}, n_{gs}$                       | Число отсчетов в общей площади рассматриваемого пика с энергией $E$ в пробе, в фоновом и калибровочном спектрах соответственно  |
| $n_b, n_{b0}, n_{bs}$                       | Число отсчетов в фоновой площади рассматриваемого пика с энергией $E$ в пробе, в фоновом и калибровочном спектрах соответственно  |
| $\varepsilon$                               | Эффективность детектора, для энергии $E$ , при фактической геометрии измерения  |
| $R_C$                                       | Выход продукта реакции  |
| $P$   | Вероятность эмиссии гамма-лучей с энергией $E$ каждого радионуклида в результате распада, т. е. коэффициент ветвления или количество $\gamma$ -квантов в результате распада |
| $u(C_A)$                                    | Стандартная неопределенность объемной активности, Бк/л  |
| $u(x)$                                      | Стандартная неопределенность измеряемой величины $x$  |
| $u_{\text{rel}}(x)$                         | Относительная неопределенность: $u(x)/x$  |
| $U$   | Расширенная неопределенность, вычисленная по выражению $U = k u(C_A)$ , где $k = 2$ , Бк/л  |
| $C_A^*$                                     | Порог принятия решения, Бк/л  |
| $C_A^\#$                                    | Предел обнаружения, Бк/л  |
| $C_A^{\triangleleft}, C_A^{\triangleright}$ | Нижняя и верхняя границы доверительного интервала каждого радионуклида, Бк/л  |

## 5 Принцип измерения

Измерение объемной активности  $^{226}\text{Ra}$  в воде проводят в два отдельных этапа: этап подготовки пробы с последующим этапом измерения с помощью гамма-спектрометрии [13] [14] [15].

Этап подготовки пробы состоит из фильтрации пробы воды (см. ISO 5667-3), чтобы обеспечить измерение объемной активности растворимой фракции  $^{226}\text{Ra}$ . После фильтрации следует предварительное концентрирование, совместное осаждение и накопление продуктов распада  $^{226}\text{Ra}$ .

После фильтрации и подкисления пробы воды,  $^{226}\text{Ra}$  совместно осаждают в виде сульфата, используя в качестве носителя при осаждении нитрат или карбонат бария. Затем сульфаты радия и бария промывают, высушивают и взвешивают. Выход продукта реакции определяют гравиметрически.

Для проб воды, в которой содержится растворимый барий, необходимо использовать другой носитель, чтобы избежать выхода продукта реакции, превышающий 100 %.

Если в качестве внутреннего стандарта для оценки коэффициента извлечения используется радиометрический индикатор, например  $^{133}\text{Ba}$ , то данный коэффициент извлечения используется вместо  $R_c$  в формулах (2) и (4).

Объемную активность  $^{226}\text{Ra}$  полученного осадка измеряют с помощью гамма-спектрометрии с использованием чистого германиевого детектора с низкофоновой защитой.

Присутствие других гамма-излучателей, таких как  $^{235}\text{U}$ , в полученном осадке, может препятствовать количественному определению активности  $^{226}\text{Ra}$ .

Оценку объемной активности растворимого  $^{226}\text{Ra}$  осуществляют путем измерения его продуктов распада,  $^{214}\text{Pb}$  и  $^{214}\text{Bi}$ , в равновесном состоянии, достигнутом через 4 недели после последнего этапа совместного осаждения.

## 6 Реактивы и оборудование

### 6.1 Реактивы

Используют реактивы признанного аналитического качества, если не указано иное, а также дистиллированную или деминерализованную воду, или воду эквивалентной чистоты, без посторонней радиоактивности.

6.1.1 Раствор азотной кислоты концентрированный ( $\text{HNO}_3$ ), 65 % или 69 %.

6.1.2 Раствор азотной кислоты ( $\text{HNO}_3$ ), разбавленный до 2,28 %.

6.1.3 Раствор азотной кислоты ( $\text{HNO}_3$ ), разбавленный до 18 %.

6.1.4 Раствор-носитель, 10,0 г/л  $\text{Ba}^{2+}$ .

Медленно растворяют нитрат бария  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  (19,0 г) или карбонат бария  $\text{BaCO}_3$  (14,3 г) в 1 л раствора азотной кислоты (6.1.2). Массу используемой соли взвешивают точно (с точностью до 1 %), а результат записывают.

Рекомендуется использовать реактив  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  или  $\text{BaCO}_3$  с низкой объемной активностью  $^{226}\text{Ra}$ . Присутствие  $^{226}\text{Ra}$  в реактиве контролируют, используя холостую пробу, приготовленную с помощью дистиллированной или деминерализованной воды.

6.1.5 Раствор серной кислоты концентрированный ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 98 %.

6.1.6 Фильтр из эфиров целлюлозы, пористость 0,45 мкм.

### 6.2 Оборудование

Используют стандартное лабораторное оборудование, в том числе следующее:

6.2.1 Перистальтический или мембранный насос.

6.2.2 Магнитная мешалка.

6.2.3 Центрифуга и пробирки.

6.2.4 Лабораторные весы.

6.2.5 Сушильный шкаф.

6.2.6 Воздухонепроницаемая емкость.

6.2.7 Гамма-спектрометрическая система с низкофоновой защитой.

## 7 Подготовка пробы для испытания

Метод может быть использован на пробах воды объемом до 100 л.

## ГОСТ ISO 13165-3

(проект, ВУ, первая редакция)

### 7. Отбор проб

Условия отбора проб должны соответствовать требованиям ISO 5667-3.

Фильтрацию проводят во время отбора проб или сразу после него и до подкисления, в противном случае радиоактивный материал, уже адсорбированный на взвешенные частицы, может быть десорбирован.

Для отбора проб рекомендуется использовать пластиковые одноразовые емкости.

Объем отобранной пробы воды для измерения зависит от пределов обнаружения, требуемых заказчиком.

### 7.2 Транспортирование и хранение проб

Пробу воды транспортируют и хранят в соответствии с ISO 5667-3.

Если требуется предварительное концентрирование, пробу подкисляют до значения pH от 1 – 3 с помощью  $\text{HNO}_3$ . Подкисление пробы воды сводит к минимуму потерю радиоактивного материала из раствора путем адсорбции.

Испытание проводят в возможно короткие сроки.

## 8 Методика проведения испытания

### 8.1 Приготовление холостой пробы

Холостую пробу готовят, используя дистиллированную или деминерализованную воду, выполняя шаги, описанные в а) – и) в 8.2.

### 8.2 Приготовление пробы

а) Во избежание появления адсорбционных эффектов и размножения водорослей пробу воды необходимо подкислить азотной кислотой (см. 6.1.1) до значения pH равного 1. Объем пробы воды может составлять от 1 до 100 л. Подкисление пробы не следует проводить с использованием соляной кислоты, так как сульфат бария частично растворим в ней.

б) В анализируемый раствор, при интенсивном перемешивании, по каплям, добавляют точный объем раствора-носителя (см. 6.1.4) равен 50 мл. В случае воды, богатой сульфат-ионами, например, морской воды, барий и радий необходимо смешать перед проведением осаждения сульфатов.

с) Добавляют 20 мл концентрированной  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (см. 6.1.5) для осаждения сульфата.

д) Прекращают перемешивание.

е) Дают осадку сульфата бария-радия  $\text{Ba}(\text{Ra})\text{SO}_4$  осесть в течение примерно 24 ч.

ф) Отделяют большую часть надосадочной жидкости, например, используя насос, и центрифугируют остаток при 2000 об/мин в течение 5 мин или фильтруют для извлечения осадка.

г) Промывают осадок азотной кислотой (см. 6.1.3) в центрифужной пробирке, встряхивают и снова центрифугируют. Повторяют шаги ф) и г) 2 раза.

h) Удаляют надосадочную жидкость.

l) Промывают осадок водой (например, встряхивают и центрифугируют каждый раз).

ж) Сушат осадок в сушильном шкафу при температуре 105 °C в течение не менее 24 ч.

к) Взвешивают воздухонепроницаемую емкость.

l) Помещают осадок во взвешенную воздухонепроницаемую емкость и плотно запечатывают, чтобы предотвратить потерю радона (см. ISO 18589-3).

т) Взвешивают воздухонепроницаемую емкость.

### 8.3 Метод подсчета

Активность  $^{226}\text{Ra}$  оценивается посредством гамма-спектрометрии с применением детектирования выбросов  $^{214}\text{Pb}$  и/или  $^{214}\text{Bi}$  после периода накопления приблизительно 4 недели в течение которого  $^{222}\text{Rn}$  достигается вековое равновесие с  $^{226}\text{Ra}$  (см. ISO 18589-3).

Калибровка должна выполняться с использованием той же геометрии, что и для проведения подсчета осадка пробы.

В случае подсчета до достижения равновесия, необходимо осуществить коррекцию для последующего накопления продуктов распада.

Объемная активность  $^{226}\text{Ra}$  может быть определена непосредственно на основании излучения ее собственной энергии при 186 кэВ, без необходимости накопления продуктов распада. Недостатки данного метода связаны с тем, что вероятность излучения такого гамма фотопика невелика (3,28 %), а также наличие мешающего первичного гамма-излучения  $^{235}\text{U}$  при 185,7 эВ, которое имеет более

высокую вероятность излучения 57,24 %. При условии равновесия между  $^{226}\text{Ra}$  и  $^{214}\text{Bi}$  теоретический предел обнаружения  $^{226}\text{Ra}$  может быть улучшен с использованием линии энергии  $^{214}\text{Bi}$  при 609 кэВ для измерения активности  $^{226}\text{Ra}$ .

## 9 Программа обеспечения и контроля качества

### 9.1 Общие положения

Деятельность по контролю качества должна соответствовать требованиям ISO/IEC 17025 и ISO 10703.

### 9.2 Влияющая величина

Следует принять особые меры предосторожности, чтобы свести к минимуму влияние величин, которые могут оказывать воздействие на результаты измерений:

- потеря  $^{222}\text{Rn}$  из емкости с осадком;
- наличие  $^{226}\text{Ra}$  в реактиве  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  или  $\text{BaCO}_3$ , которое оценивают путем измерения холостой пробы;

- значительные временные вариации объемной активности радона могут наблюдаться в воздухе лаборатории. Рекомендуется проводить постоянный мониторинг объемной активности  $^{222}\text{Rn}$  в лаборатории с использованием устройства для измерения радона, так как даже в хорошо проветриваемых помещениях возможны значительные вариации при определенных погодных условиях (см. ISO 11665-1 и ISO 11665-5);

- для поддержания постоянной температуры и относительной влажности воздуха в лаборатории воздух должен постоянно обновляться посредством системы кондиционирования. В целях ограничения высвобождения радона из материала в стенах лаборатории, стены должны быть окрашены соответствующим материалом, таким как эпоксидная краска [12]

Детектор может быть помещен в корпус, который заполнен газом, свободным от радона (например,  $\text{N}_2$ , воздух, проходящий через фильтр с гранулированным активированным углем), во избежание накопления радона вблизи детектора.

### 9.3 Проверка прибора

Основные параметры прибора (калибровка по энергии, калибровка по эффективности в качестве функции энергии, и фоновый спектр) должны периодически проверяться в рамках программы обеспечения качества, установленной лабораторией, и в соответствии с инструкциями изготовителя (см. ISO 10703).

### 9.4 Проверка метода

Необходимо проводить периодические проверки точности метода. Проверки проходят следующим образом:

- участие во взаимных сличениях;
- анализ стандартных образцов.

Повторяемость метода должна проверяться, например, путем повторных измерений.

Необходимо определить допустимые пределы испытаний, упомянутых выше.

### 9.5 Подтверждение профессиональной квалификации специалиста

Если специалист не использовал ранее метод, описанный в настоящем стандарте, то испытание на прецизионность и смещение должно выполняться путем проведения повторного измерения стандартного или меченого образца. Допустимые пределы испытаний должны быть установлены лабораторией.

Аналогичное испытание должно проводиться специалистами, которые обычно используют метод, описанный в настоящем стандарте, с периодичностью, определенной лабораторией. Допустимые пределы испытаний должны быть установлены лабораторией.

## 10 Представление результатов

### 10.1 Общие положения

Процедура вычисления объемной активности изложена в ISO 10703, за исключением выхода продукта реакции,  $R_C$ , а в настоящем разделе представлены окончательные формулы.

## ГОСТ ISO 13165-3

(проект, ВУ, первая редакция)

### 10.2 Объемная активность водорастворимого <sup>226</sup>Ra

Объемная активность, измеряемая посредством гамма-спектрометрии, выраженная в Бк/л, должна быть скорректирована для определения выхода сульфата бария или другого осадка ( $R_C$ ).

Выход представляет собой отношение массы отделяемого сульфата бария к массе вводимого нитрата бария или карбоната бария:

$$R_C = \frac{M_{\text{sulfate}}}{M_{\text{nitrate}}} \times 0,893 \quad \text{or} \quad R_C = \frac{M_{\text{sulfate}}}{M_{\text{carbonate}}} \times 1,18 \quad (1)$$

где 0,893 и 1,18 коэффициент молярной массы.

Для неискаженного пика с энергией  $E$ , объемная активность, измеренная с помощью гамма-спектрометрии, выражается в Бк/л, по формуле (2):

$$c_A = \frac{n_g - n_b}{P \cdot \varepsilon \cdot V \cdot R_C \cdot t_g} = (n_g - n_b) \cdot w / t_g \quad \text{with} \quad w = \frac{1}{P \cdot \varepsilon \cdot V \cdot R_C} \quad (2)$$

где  $\varepsilon$  определяется калибровочной кривой при подготовке к измерению (см. ISO 10703).

Следует учитывать, что для целей настоящего стандарта поправочный коэффициент,  $f_E$ , который упоминается в ISO 10703, принимается равным 1, и необходимо учитывать выход продукта реакции,  $R_C$ .

### 10.3 Стандартная неопределенность объемной активности

В соответствии с руководством по выражению неопределенности измерения [9], общую неопределенность  $c_A$  рассчитывают по формуле (3):

$$u(c_A) = \sqrt{(w / t_g)^2 \cdot (u^2(n_g) + u^2(n_b)) + c_A^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (3)$$

где стандартной неопределенностью счетного времени можно пренебречь, а относительную стандартную неопределенность  $w$  рассчитывают по формуле (4):

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(P) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) + u_{\text{rel}}^2(R_C) \quad (4)$$

Подробная информация о расчете  $u_{\text{rel}}^2(\varepsilon)$  приведена в ISO 10703.

### 10.4 Порог принятия решения

В соответствии с ISO 11929 порог принятия решения,  $c_A^*$  рассчитывают по формуле (3)

для  $c_A = 0$ .

Из этого следует:

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{2} \cdot u(n_b) / t_g \quad (5)$$

где  $\alpha = 0,05$ , и тогда  $k_{1-\alpha} = 1,65$  принимают по умолчанию.

### 10.5 Предел обнаружения

Предел обнаружения,  $c_A^\#$ , рассчитывают в соответствии с ISO 11929, используя неявно заданную формулу (6):

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \left[ (c_A^\# / w + n_b / t_g) / t_g + u^2(n_b) / t_g^2 \right] + c_A^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (6)$$

где  $\beta = 0,05$ , и тогда  $k_{1-\beta} = 1,65$  принимают по умолчанию.

Предел обнаружения  $c_A^\#$  может быть рассчитан, используя формулу (6), однако есть более простое решение с помощью повторения стартовой аппроксимации,  $c_A^\# = 2 \cdot c_A^*$ .

Принимая во внимание, что  $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ , решение формулы (6) задается формулой (7):

$$c_A^\# = \frac{2c_A^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 u_{rel}^2(w)} \quad (7)$$

### 10.6 Границы доверительного интервала

Согласно ISO 11929 нижнюю,  $C_A^{\triangleleft}$ , и верхнюю,  $C_A^{\triangleleft}$ , границы доверительного интервала рассчитывают, используя формулы:

$$C_A^{\triangleleft} = C_A - k_p \cdot u(C_A), \quad p = \omega \cdot (1 - \gamma/2) \quad (8)$$

$$C_A^{\triangleright} = C_A + k_q \cdot u(C_A), \quad q = 1 - \omega \cdot \gamma/2 \quad (9)$$

где

$$\omega = \Phi \left[ y / u(y) \right], \quad \Phi - \text{функция стандартизованного нормального распределения;}$$

$\omega = 1$  может быть установлено, если  $C_A \geq 4 \times u(C_A)$ .

В этом случае,  $C_A^{\triangleleft \triangleright} = C_A \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(C_A)$

где  $\gamma = 0,05$  и тогда  $k_{1-\gamma/2} = 1,96$  принимают по умолчанию.

### 10.7 Поправки из-за вклада других радионуклидов и фона

#### 10.7.1 Общие положения

Если определение объемной активности растворимого  $^{226}\text{Ra}$  оценивается непосредственно исходя из гамма-излучения  $^{226}\text{Ra}$ , то другие гамма-излучатели, такие как  $^{235}\text{U}$ , могут создавать помехи. В этом случае радионуклид, вносящий вклад, имеет другую гамма-линию, которая вносит вклад в определяемую линию, и этот вклад может быть оценен с учетом вероятности эмиссии гамма-линии.

Если определение объемной активности растворимого  $^{226}\text{Ra}$  оценивается путем измерения его продуктов распада  $^{214}\text{Pb}$  и  $^{214}\text{Bi}$  в равновесном состоянии, достигнутом через 4 недели после последнего этапа совместного осаждения, следует учитывать, что на гамма-линию определяемого радионуклида имеет влияние также и фон спектрометра. Измеряя фоновый спектр без пробы за время счета,  $t_0$ , данный вклад можно скорректировать с учетом разного времени счета двух спектров.

В обоих случаях объемная активность рассчитывается по формуле (10):

$$c_{Ac} = (n_N / t_g - x \cdot n_{N0} / t_0) \cdot w \quad (10)$$

Данная модель обеспечивает необходимые корректировки для обоих видов вклада, которые изложены в ISO 10703.

#### 10.7.2 Вклад от других радионуклидов

Корректируемая гамма-линия с энергией  $E_1$ , имеет чистую площадь пика  $n_{N, E_1}$ . Вклад другого радионуклида, имеющего более одной гамма-линии с гамма-энергией  $E_1$ , рассчитывается через отношение соответствующей вероятности излучения, вычитаемой из гамма-линии  $E_2$ .

Используя формулу (10) с  $x = P_{E_1} / P_{E_2}$  и  $t_0 = t_g$ , получается, что

$$c_{Ac} = (n_{N, E_1} - x \cdot n_{N, E_2}) \cdot w / t_g \quad (11)$$

Пренебрегая стандартной неопределенностью  $x$ , стандартную неопределенность  $c_{Ac}$  рассчитывают по формуле (12):

## ГОСТ ISO 13165-3

(проект, ВУ, первая редакция)

$$u^2(c_{Ac}) = (w / t_g)^2 \left\{ n_{g,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x^2 [n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})] \right\} + c_{Ac}^2 \cdot u_{rel}^2(w) \quad (12)$$

Порог принятия решения,  $c_{Ac}^*$ , определяется по формуле (13):

$$c_{Ac}^* = k_{1-\alpha} \cdot (w / t_g) \cdot \sqrt{n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2 [n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})]} \quad (13)$$

и предел обнаружения,  $c_{Ac}^\#$ , определяют по формуле (14):

$$c_{Ac}^\# = c_{Ac}^* + k_{1-\beta} \sqrt{\left( \frac{w}{t_g} \right)^2 \left( \frac{c_{Ac}^\#}{t_g} \cdot w + n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2 [n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})] \right) + c_{Ac}^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (14)$$

Предел обнаружения вычисляют решением формулы (14) для  $c_{Ac}^\#$  или более просто итерацией с начальной аппроксимацией:  $c_{Ac}^\# = 2 \cdot c_{Ac}^*$ .

Принимая  $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ , решением формулы (14) является формула 15):

$$c_{Ac}^\# = \frac{2 \cdot c_{Ac}^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}(w)} \quad (15)$$

### 10.7.3 Вклад фона

В этом случае используют формулу (10) для поправки с  $x = 1$  и  $u(x) = 0$ ,  $n_{N0}$  является чистой площадью пика гамма-линии в фоновом спектре, и  $t_0$  – время счета фонового спектра. В результате:

$$c_{Ac} = (n_N / t_g - n_{N0} / t_0) \cdot w \quad (16)$$

Стандартную неопределенность  $c_{Ac}$  рассчитывают по формуле (17):

$$u^2(c_{Ac}) = w^2 (n_g / t_g^2 + n_{g0} / t_0^2 + u^2(n_b) / t_g^2 + u^2(n_{b0}) / t_0^2) + c_{Ac}^2 \cdot u_{rel}^2(w) \quad (17)$$

Порог принятия решения,  $c_{Ac}^*$ , рассчитывают по формуле (18):

$$c_{Ac}^* = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{[n_b + u^2(n_b)] / t_g^2 + [n_{g0} + u^2(n_{b0})] / t_0^2 + (n_{g0} - n_{b0}) / t_0 t_g} \quad (18)$$

и предел обнаружения,  $c_{Ac}^\#$ , рассчитывают по формуле (19):

$$c_{Ac}^\# = c_{Ac}^* + k_{1-\beta} \sqrt{w^2 \left[ \frac{c_{Ac}^\#}{t_g w} + (n_b + u^2(n_b)) / t_g^2 + [n_{g0} + u^2(n_{b0})] / t_0^2 + (n_{g0} - n_{b0}) / t_0 t_g \right] + c_{Ac}^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (19)$$

Предел обнаружения вычисляют путем решения формулы (19) для  $c_{Ac}^\#$  или более просто итерацией с начальной аппроксимацией:  $c_{Ac}^\# = 2 \cdot c_{Ac}^*$ .

Принимая  $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$  решением формулы (19) является формула (20):

$$c_{Ac}^{\#} = \frac{2 \cdot c_{Ac}^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (20)$$

Границы доверительного интервала рассчитывают по формулам (8) и (9).

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен соответствовать требованиям ISO/IEC 17025 и содержать:

- сведения об используемом методе испытания, а также ссылку на настоящий стандарт ;
- ссылку на выполняемую процедуру оценки и измерения;
- сведения, позволяющие идентифицировать пробу;
- дату измерения;
- единицы, в которых выражается результат;

f) результат испытания,  $C_A \pm u(C_A)$  или  $C_A \pm U$ , с соответствующим значением  $k$ , и дату, принятую за исходную для всех измерений.

Допускается предоставление дополнительной информации, например:

– значения вероятности:  $\alpha$ ,  $\beta$  и  $(1 - \gamma)$ ;

– значения порога принятия решения и предела обнаружения. В зависимости от требований заказчика существуют различные способы представления результатов:

– когда объемная активность  $^{226}\text{Ra}$  сравнивается с порогом принятия решения

(см. ISO 11929), результат измерения должен быть представлен как  $\leq c_A^*$ , если результат измерения ниже порога принятия решения;

– когда объемная активность  $^{226}\text{Ra}$  сравнивается с пределом обнаружения, результат измерения может быть представлен как  $\leq C_A^{\#}$ , если результат измерения ниже предела обнаружения. Если предел обнаружения превышает нормируемое значение, то должно быть зарегистрировано, что метод не является подходящим для целей измерения;

– упоминание о любой информации, влияющей на результат испытания.

Протокол испытания может быть еще дополнен любой полезной информацией в соответствии с ISO/IEC 17025.

Приложение А  
(справочное)

Уран и его ряды распада

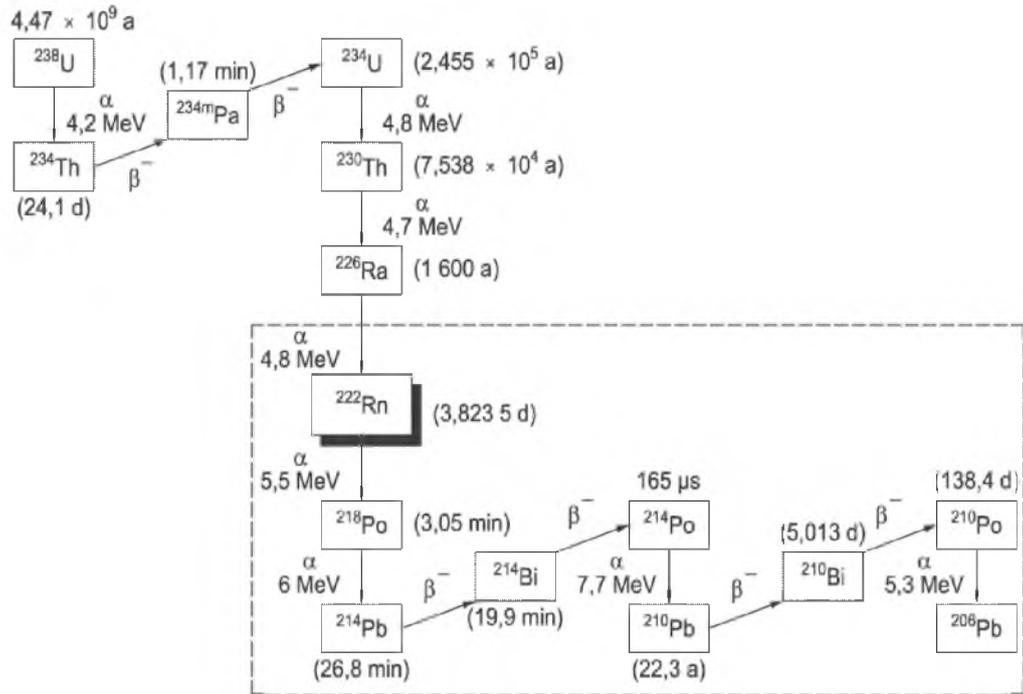


Рисунок А.1 – Уран и его ряды распада [16]

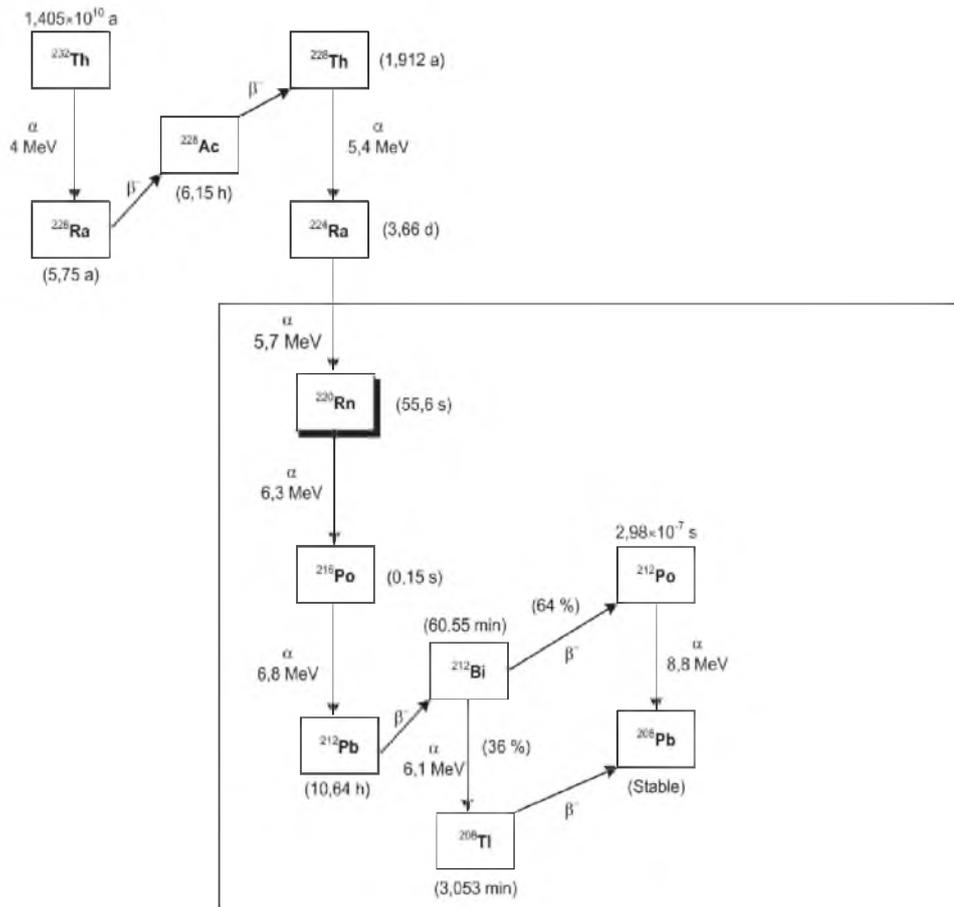


Рисунок А.2 – Торий 232 и его ряды распада [16]

Приложение ДА  
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов  
межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта                             |
|---|----------------------|---|
| ISO 5667-3                                      | —                    | *   |
| ISO 10703                                       | —                    | *   |
| ISO 11929                                       | —                    | *   |
| ISO/IEC 17025                                   | IDT                  | ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» |
| ISO 80000-10                                    | —                    | *   |

\*Соответствующие межгосударственные стандарты отсутствуют. До их принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык международных стандартов. Официальные переводы данных международных стандартов находятся в Национальном фонде технических нормативных правовых актов Республики Беларусь.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:  
- IDT — идентичные стандарты.

## Библиография

- [1] ISO 31-9<sup>1)</sup> Quantities and units – Part 9: Atomic and nuclear physics (Параметры и единицы измерения. Часть 9. Атомная и ядерная физика)
- [2] ISO 921:1997<sup>2)</sup> Nuclear energy - Vocabulary (Ядерная энергия. Словарь)
- [3] ISO 3696 Water for analytical laboratory use - Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)
- [4] ISO 5667-1 Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques (Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методик отбора проб)
- [5] ISO 6107-2 Water quality – Vocabulary (Качество воды. Словарь. Часть 2)
- [6] ISO 11665-1 Measurement of radioactivity in the environment — Air: radon-222 — Part 1: Origins of radon and its short-lived decay products and associated measurement methods (Измерение радиоактивности в окружающей среде. Воздух: радон-222. Часть 1. Источники радона и его короткоживущих продуктов распада и связанные с ними методы измерения)
- [7] ISO 11665-5 Measurement of radioactivity in the environment — Air: radon-222 — Part 5: Continuous measurement method of the activity concentration (Измерение радиоактивности в окружающей среде. Воздух: радон-222. Часть 5. Непрерывный метод измерения объемной активности)
- [8] ISO 18589-3 Measurement of radioactivity in the environment — Soil — Part 3: Test method of gamma-emitting radionuclides using gamma-ray spectrometry (Измерение радиоактивности в окружающей среде. Почва. Часть 3. Метод определения гамма-излучающих радионуклидов с использованием гамма-спектрометрии)
- [9] ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM: 1995) (Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения)
- [10] European cooperation for accreditation of laboratories. Traceability of Measuring and Test Equipment to National Standards. EAL-G12, 1995 (Европейское сотрудничество по аккредитации лабораторий. Прослеживаемость измерительного и испытательного оборудования до национального эталона)
- [11] Quanlu G., & Hengde W. Sources and protection measures for indoor radon. Radiat. Prot. Dosimetry. 1998, 76 pp. 261–266 Quanlu G., & Hengde W. (Источники и меры защиты для радона внутри помещений. Радиационно-защитная дозиметрия)
- [12] WHO. Guidelines for drinking-water quality, 4th edition. Geneva: World Health Organization. 2011. 541 p. Available (viewed 2012-12-10) at: [http://www.who.int/water\\_sanitation\\_health/publications/2011/dwq\\_chapters/en/index.html](http://www.who.int/water_sanitation_health/publications/2011/dwq_chapters/en/index.html) (ВОЗ. Рекомендации по качеству питьевой воды)

<sup>1)</sup> Отменен. Заменен ISO 80000-10.

<sup>2)</sup> Отмененный стандарт.

### ГОСТ ISO 13165-3

(проект, ВУ, первая редакция)

- [13] IAEA. Analytical Methodology for the Determination of Radium Isotopes in Environmental Samples. No. IAEA/AQ/19, Vienna, 2010 (МАГАТЭ. Аналитическая методология определения изотопов радия в образцах окружающей среды)
- [14] Schmidt S., & Reyss J-L. Radium as internal tracer of Mediterranean Outflow Water. J. Geophys. Res. 1996 February 15, 101 (C2) pp. 3589–3596 Schmidt S., & Reyss J-L. (Радий, как внутренний индикатор воды, вытекающей из Средиземного моря)
- [15] Reyss J-L., Schmidt S., Legeleux F., Bonte P. Large, low background welltype detectors for measurements of environmental radioactivity. Nucl. Inst. Meth. A. 1995, 357 pp. 391–397 (Скважинные детекторы с высоким, низким уровнем фона для измерения радиоактивности окружающей среды)
- [16] Nuclear Data Base issued from the Decay Data Evaluation Project. [http://www.nucleide.org/DDEP\\_WG/DDEPdata.htm](http://www.nucleide.org/DDEP_WG/DDEPdata.htm) (База ядерных данных, созданная в рамках проекта оценки данных распада)

УДК

МКС 17.240; 13.060.60

IDT

Ключевые слова: качество воды, радий-226, метод испытания с использованием совместного осаждения, гамма-спектрометрии

Научно-производственное республиканское унитарное предприятие  
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

Директор

  
И.И.Осмола

Заместитель директора  
по техническому нормированию,  
стандартизации и информатизации

  
А.Г.Скуратов

Начальник отдела  
технического нормирования  
и стандартизации пищевой  
и сельскохозяйственной продукции

  
Л.М.Скорина

Начальник сектора  
отдела технического нормирования  
и стандартизации пищевой  
и сельскохозяйственной продукции

  
К.А.Родригес

Инженер 2 категории  
отдела технического нормирования  
и стандартизации пищевой  
и сельскохозяйственной продукции

  
Е.В.Мотыль