

НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ ПО  
ТРАКТОРОСТРОЕНИЮ НПО НАТИ

КАЧЕСТВО ВОДЫ. ИЗМЕРЕНИЕ "БОЛЬШОЙ БЕТА"  
- АКТИВНОСТИ В НЕМИНЕРАЛИЗОВАННОЙ ВОДЕ

WATER QUALITY - MEASUREMENT OF GROSS BETA  
ACTIVITY IN NON-SALINE WATER

Страна, номер стандарта ИСО 9697:1992(Е)  
Взамен  
Введен 15 декабря 1992 г.

Аннотация В стандарте дана методика измерения "большой бета" - активности в неминерализованной воде, включающая кроме основного этапа измерения, подготовку образцов и аппаратуры, а также обработку полученных результатов и оценку их точности и достоверности, а также даны основные правила обращения с радиоактивными материалами.

Дескрипторы: Вода, качество, сточные воды, анализ воды, определение, изотопы, бета частицы, измерение радиоактивности.

Перевод аутентичен  
оригиналу

*Забела*

Переводчик: В.Е.Забела  
Редактор: В.Е.Забела  
Кол-во стр. 26  
Кол-во рис. -  
Кол-во табл. 3  
Дата выполнения

01.07.93

Москва, 1993

48-3  
121  
93



МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ИСО 9697

Первое издание

15.12.1992

КАЧЕСТВО ВОДЫ. ИЗМЕРЕНИЕ "БОЛЬШОЙ БЕТА" -  
- АКТИВНОСТИ В НЕМИНЕРАЛИЗОВАННОЙ ВОДЕ

Группа Т 58

---

Reg. № ИСО 9697:1992(Е)

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Международная организация по стандартизации (ИСО) представляет собой объединение национальных организаций по стандартизации (Комитеты-Члены ИСО). Разработка международных стандартов осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый комитет-член может принимать участие в работе любого технического комитета по интересующему его вопросу. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе. ИСО тесно сотрудничает с Международной Электротехнической Комиссией (МЭК) по всем вопросам стандартизации в электротехнике.

В соответствии с правилами ИСО проекты международных стандартов, согласованные техническими комитетами, утверждаются в качестве международных стандартов Совета ИСО при одобрении их не менее 75% Комитетов-Членов.

Международный Стандарт ИСО 9697 подготовлен Техническим Комитетом ИСО/ТС 147, Качество воды, Подкомитет SC3, Радиологические методы.

Приложение А является неотъемлемой частью данного международного стандарта. Приложение В служит только для информации.

КАЧЕСТВО ВОДЫ - ИЗМЕРЕНИЕ "БОЛЬШОЙ БЕТА" -  
- АКТИВНОСТИ В НЕМИНЕРАЛИЗОВАННОЙ ВОДЕ

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** - В инструкции по эксплуатации счетчиков должны быть указаны меры предосторожности при использовании высокого напряжения. Во всех странах выпускаются правила, регулирующие использование радиоактивных веществ в лабораториях. Эти правила обязательны для всех организаций, где предстоит работа с этими веществами.

1. Область применения

1.1. Предмет данного стандарта

В данном международном стандарте дается описание метода определения "большой бета" - активности в неминерализованных водах. Этот метод касается нелетучих бета-активных радионуклидов с максимальными бета-энергиями более 0,3 МэВ. На бета-излучатели очень низкой энергии, включая  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{35}\text{S}$  и  $^{241}\text{Pu}$  стандарт не распространяется.

1.2. Применимость

Указанный метод применяют для проверки неочищенных и питьевых вод, но для соленых или минерализованных вод непосредственно без адаптирования он неприменим.

1.3. Диапазон применимости

Количество воды в пробе зависит с одной стороны от содержания неорганических веществ в воде, а с другой стороны - от размеров предметной пластины, которую можно разместить в применяемом счетчике.

## 2. Ссылки

Положения, которые посредством ссылок в данном тексте становятся положениями данного международного стандарта, содержатся в указанных ниже стандартах. На дату публикации указанные здесь издания были действующими. Все стандарты подвергаются пересмотру и участники соглашений по данному международному стандарту могут изучить возможность применения самых новых редакций указанных ниже стандартов. Члены МЭК и ИСО следят за указателями действующих в данный момент международных стандартов.

ИСО 5667-1:1980. Качество воды - Отбор проб -  
Часть I: Руководство по составлению программ отбора проб.

ИСО 5667-2:1991. Качество воды - Отбор проб -  
Часть 2: Руководство по технике отбора проб.

ИСО 5667-3:<sup>-1)</sup> Качество воды - Отбор проб.  
Часть 3: Руководство по хранению и обращению с образцами.

ИСО 9964-1:<sup>-2)</sup> Качество воды - Определение натрия и калия -  
Часть I: Определение натрия атомной абсорбционной спектрометрией.

## 3. Принцип

В пробу добавляют кислоту, чтобы стабилизировать ее, выпаривают почти до высыхания, сульфатируют и затем прокаливают при 350°C. Часть остатка переносят на предметную пластину и измеряют бета-активность счетчиком Гейгера, оттарированного предварительно по уровню калия.

---

1) Готовится к публикации (Взамен ИСО 5667-3:1985)

2) Готовится к публикации

#### 4. Реактивы

Реактивы должны быть хорошо проверенного качества и должны обладать минимальной фоновой радиоактивностью.

ПРИМЕЧАНИЕ I. Метод проверки фоновой радиоактивности дан в п. 10.1.

##### 4.1. Вода

Только дистиллированная или деионизированная вода применима во всех случаях.

- ПРИМЕЧАНИЯ
2. Дистиллированная (или деионизированная) вода, используемая для подготовки экспериментов в самом методе и для приготовления других реактивов, должна иметь уровень радиоактивности ниже того наименьшего уровня, который имеют пробы.
  3. Характеристика некоторых ионообменных смол показывает, что  $^{90}\text{Sr}$  может присутствовать в смоле (и может быть десорбирован). Если применяют деионизированную воду, все новые порции следует перед употреблением проверять на радиоактивность.

4.2. Источник эталонного уровня, хлорид калия, высушенный до постоянства массы при  $105^{\circ}\text{C}$ .

4.3. Концентрированная азотная кислота, 50% (процентное соотношение объемов).

Разбавьте  $100 \text{ мл} \pm 5 \text{ мл}$  азотной кислоты ( $\rho = 1,42 \text{ г/мл}$ ) до объема  $200 \text{ мл} \pm 5 \text{ мл}$  водой (4.1).

4.4. Концентрированная серная кислота,  $\rho = 1,84 \text{ г/мл}$ .

4.5. Летучие органические растворители, метанол и ацетон.

## 5. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и

### 5.1. Низкофоновый счетчик Гейгера или счетчики иного типа

Расстояние от источника до определителя не должно превышать 10 мм (10 мм воздуха = 0,01 мг/мм<sup>2</sup> толщины). Система определителя должна быть в состоянии обеспечить толщину внешнего абсорбирования 0,07 мг/мм<sup>-2</sup> ± 0,02 мг мм<sup>-2</sup> (7 мг см<sup>-2</sup> ± ± 2 мг см<sup>-2</sup>) до источника. Это может быть достигнуто либо применением одного торцевого окна определителя или более тонкого торцевого окна с дополнительным абсорбером соответствующей толщины, Кроме того, любая схема счета совпадений/несовпадений для уменьшения фона не должна менять свою эффективность в отношении различных излучаемых энергий.

ПРИМЕЧАНИЕ 4. Желателен отсчет фона менее 1 счета в мин (с/мин), но в большинстве случаев отсчет 5с/мин будет достаточен (смотри 9.2).

5.2. Предметные пластины (ряд счетчиков) толщиной, по крайней мере, 2,5 мг/мм<sup>2</sup> (250 мг/см<sup>2</sup>). Они должны быть выполнены из нержавеющей стали и иметь отбортовку. Это позволит насыщенному обратному рассеиванию быть достижимым для энергий до 3,6 МэВ.

ПРИМЕЧАНИЯ: 5. Диаметр применяемой предметной пластины определяется требованиями счетчика, т.е. диаметром определителя и размерами держателя источника.

6. <sup>60</sup>Со может оказаться включением в нержавеющей стали и может поэтому повлиять на показатель фона, но не обязательно - на пробу или заготовку, т.к. активность будет поглощена остатком.

7. Источник должен быть рассыпан равномерно и некоторые операторы считают, что это легче осу-

ществить на полированной металлической поверхности, тогда как другие предпочитают использовать стравленную или поцарапанную пластину (для этих целей применяют пескоструйку или химическое травление).

5.3. Муфельная печь, способная поддерживать температуру  $350^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ .

#### 6. Отбор проб

Добавьте 20 мл  $\pm$  1 мл азотной кислоты (4,3) на каждый литр пробы, которую предполагаете отбирать, в чистую полиэтиленовую бутылку, и затем отберите пробу в соответствии с ИСО 5667-1, ИСО 5667-2 и ИСО 5667-3. Добавление кислоты снижает абсорбцию радиоактивности стенками бутылки. Храните при температуре  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  и анализируйте пробу при первой возможности.

Если требуется определить активность профильтрованной пробы воды, то фильтруйте сразу во время отбора пробы.

**ПРИМЕЧАНИЕ 8.** Активность окажется распределенной между водным раствором и абсорбцией на частицах загрязнения. Поэтому если производите фильтрацию, то делайте это перед добавлением кислоты, которая может нарушить это распределение.

#### 7. Процедура

##### 7.1. Подготовка

**ПРИМЕЧАНИЕ 9.** Анализы следует проводить в той зоне, где не применяются индикаторы радиоактивности.

Определите общее содержание твердых веществ в воде согласно Приложению А. Сделав необходимую поправку из-за изменений в составе во время прокаливании при  $350^{\circ}\text{C}$  и сульфатации остатка, подсчитайте объем пробы, необходимый для полу-



чения массы твердого остатка, слегка превышающей  $0,1 A$  мг (где  $A$  - площадь предметной пластины (5.2) в квадратных миллиметрах). Используйте эту величину как ориентир для объема пробы, необходимой для следующего этапа - концентрации.

### 7.2. Этап концентрации

Перелейте в химический стакан отмеренный объем  $V$  в литрах ( $\pm 1\%$ ) пробы (смотри пункт 6), выбранный таким образом, чтобы после прокаливания здесь образуется не менее  $0,1 A$  мг остатка.

**ПРИМЕЧАНИЕ 10.** При очень мягкой воде возможно потребуется объем для получения  $0,1 A$  мг нереально большой. В этом случае следует использовать наибольший из практически приемлемых объемов. (см. также примечание 12.).

Испаряйте аккуратно на нагревательной плитке объем примерно до снижения его до 50 мл и позвольте охладить.

Перелейте концентрированный раствор в фарфоровую чашку, предварительно нагретую до  $350^{\circ}\text{C}$ . Тщательно вымойте химический стакан минимальным количеством воды (4.1) и перелейте эту воду в чашку.

**ПРИМЕЧАНИЕ 11.** Если химический стакан большой, то удобнее перелить воду после мытья в меньший стакан (например, 500 мл). Эту воду можно затем концентрировать до небольшого объема, чтобы удобнее переливать в фарфоровую чашку.

### 7.3. Этап сульфатирования

Охладите воду после мытья и добавьте 1 мл ( $\pm 20\%$ ) серной кислоты (4.4).

**ПРИМЕЧАНИЕ 12.** Иногда вода после выпаривания и прокаливания дает осадок, непригодный для измерения радио-

активности из-за гигроскопичности или монолитности. Для многих таких проб процесс сульфатирования дает нужный результат. Серную кислоту берут в таком объеме, которым можно сульфатировать около 1,8г карбоната кальция. Чтобы кислоты было с избытком, первоначальный объем пробы должен быть выбран таким, чтобы общее количество твердых веществ не превышало 1г. (Опыт может показать, что для некоторых сортов воды этот этап не нужен).

Аккуратно выпаривайте содержимое чашки до высыхания.

Чтобы избежать разбрызгивания, подставьте чашку под тепло, идущее сверху (от инфракрасной или подобной лампы) и продолжайте нагревание до тех пор, покуда не прекратится дымление серной кислоты. Затем поставьте чашку на нагревательную плитку и нагревайте до окончательного прекращения дымления.

#### 7.4. Этап прокаливания

Поместите чашку с содержимым в муфельную печь (5.3), прокалите в течение 1 часа при температуре  $350^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  и дайте остыть в эксикаторе.

Взвесьте чашку вместе с осадком и вычислите разность масс прокаленного осадка, в мг.

#### 7.5. Подготовка источника

Отвесьте 0,1А мг ( $\pm 1\%$ ) золы на предметной пластине. Если зола не тонкого помола, растолките ее пестом в ступке. Обозначьте эту массу  $m_T$ , мг.

Если из объема (V), использованного в 7.2, получилось меньше 0,1А мг осадка, поместите как можно больше этого осадка на предметную пластину.

Распределите осадок равномерно по предметной пластине, переведя его в пастообразное состояние при помощи нескольких капель летучего органического растворителя (4.5) и дайте высохнуть.

ПРИМЕЧАНИЕ I3. Эту пробу можно накрыть тонкой пленкой миле-  
ра\*.

#### 7.6. Этап счета

Настройте счетчик Гейгера или другой бета-счетчик (5.1) в соответствии с инструкциями изготовителя.

Измерьте активность на предметной пластине, включив счетчик на необходимый промежуток времени. Пусть измеренная скорость счета будет  $R_b \text{ с}^{-1}$ .

ПРИМЕЧАНИЕ I4. Длительность счета зависит от пробы и скорости счета фона, а также от необходимой точности (смотри п.9).

#### 7.7. Определение фона

Измерьте активность фона при помощи аналогичной чистой предметной пластины (5.2). Пусть измеренная скорость счета будет  $R_0 \text{ с}^{-1}$ . Повторенные отсчеты подтвердят стабильность фона.

#### 7.8. Измерение эталонного источника

Используя вместо золы пробы хлорид калия (4.2), проделайте этапы работ, описанные в п.п. 7.5 и 7.6. Пусть измеренная скорость счета будет  $R_S \text{ с}^{-1}$ .

### 8. Представление результатов

#### 8.1. Расчет концентрации активности

Подсчитайте концентрацию активности, в беккерелях на литр, раствора по формуле

$$c = R_n \times \frac{1}{\epsilon_S} \times \frac{1}{V_p}, \quad \dots \quad (I)$$

где

$c$  - бета-активность, в беккерелях на литр;

$R_n$  - число отсчетов в секунду пробы, с поправкой на фон;

---

\*/ Искусственная упаковочная пленка.

$\varepsilon_s$  - Удобный коэффициент отсчета уровня  $^{40}\text{K}$ ;  
 $V_p$  - объем пробы в литрах, эквивалентный массе твердого вещества на предметной пластине.

Таким образом

$$R_n = R_b - R_o,$$

где

$R_b$  - замеренное число отсчетов для образца, в импульсах в секунду (смотри 7.6);

$R_o$  - число отсчетов фона предметной пластины, в импульсах в секунду (смотри 7.7);

и

$$\varepsilon_s = \frac{(R_s - R_o)}{0,1A \times 14,4} \times 1000,$$

где

$R_s$  - замеренное число отсчетов эталона, в импульсах в секунду (смотри 7.8);

$A$  - площадь предметной пластины, в квадратных миллиметрах;

$0,1A$  - масса хлорида калия, твердого осадка или золы, в миллиграммах, на предметной пластине (смотри 7.8).

ПРИМЕЧАНИЕ 15. Бета-активность  $^{40}\text{K}$  в природном калии составляет 27,4 Бк/г (смотри /4/) и, следовательно, в хлориде калия она составляет 14,4/1000Бк/мг. Один беккерель соответствует одному распаду в секунду.

и

$$V_p = \frac{V}{m} \times 0,1A,$$

где

$V$  - объем пробы в литрах (смотри 7.2);

$m$  - масса в миллиграммах прокаленного осадка из объема  $V$ , (смотри 7.4).

Отсюда общее выражение (I) принимает вид

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 0,1A \times 14,4 \times m}{(R_s - R_0) \times 1\,000V \times 0,1A}$$

$$= \frac{(R_b - R_0) \times 14,4 \times m}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V}$$

Окончательное выражение для активности  $c$  в беккерелях на литр тогда будет

$$c = \frac{(R_b - R_0) \times 14,4 \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \quad (2)$$

ПРИМЕЧАНИЕ 16. Важно чтобы множитель 1,02 был включен в окончательное выражение, чтобы учесть 20 мл азотной кислоты, добавленной на 1 литр в качестве стабилизатора (смотри п.6).

Если требуется определить радиоактивность пробы исключая долю  $^{40}\text{K}$ , оцените эту долю, замерив содержание калия в первоначальной пробе в соответствии с ИСО 9964-1. По этому результату определите активность, применив информацию из примечания 15 и вычтите ее из полученной величины  $c$ .

## 9. Точность

### 9.1. Стандартные отклонения

Стандартное отклонение,  $S_c$ , связанное с активностью пробы, скорректированной по фону, подсчитывают по формуле:

$$s_c = \sqrt{\frac{R_b}{t_b} + \frac{R_0}{t_0}} \times \frac{14,4 \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V}$$

(3)

где  $t_b$  и  $t_0$  являются соответственно продолжительностью отсчета для пробы и для фона.

Стандартное отклонение, связанное с отсчетом для источника-стандартного хлорида калия незначительно по сравнению с отклонением отсчета для пробы, и поэтому результат следует указывать со стандартным отклонением "только из-за ошибки отсчета".

### 9.2. Предел обнаружения

Предел обнаружения, достижимый при определении "большой бета" активности для вероятности ошибки  $\alpha$  или коэффициента доверительности  $K$ , будет подсчитан с хорошей точностью по формуле:

$$c_{\min} = k \times \frac{a_s \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_0}{t_b} \left(1 + \frac{t_b}{t_0}\right)}$$

где  $a_s$  - специфическая активность уровня в беккерелях на грамм.

Предел обнаружения зависит от неорганических веществ в воде, наличия радионуклидов, применяемого оборудования и длительности отсчета.

Результаты, полученные на опытной пробе  $^{137}\text{C}$  (~~723 мБк г<sup>-1</sup>~~) ( $723 \text{ мБк г}^{-1}$ ), даны в таблице 1.

Время отсчета с площади источника, число отсчетов фона и степени свободы даны в таблице 2.

### 9.3. Чувствительность

Эффективность отсчета меняется приблизительно от 0,05 до 0,5 в зависимости от энергии бета-частиц. Использование  $^{40}\text{K}$  в качестве стандарта ведет к переоценке влияния радионуклидов с бета-макс. более 1,32 МэВ и к недооценке влияния радионуклидов с более низким бета-макс.

Таблица I

Лаборатория	О с т а т о к			Предел обнаружения мБк I <sup>-1</sup>
	m/v	S ±	m/v <sup>1)</sup>	
αERE	522		1,4	40
LGC	578		2,8	70
WRC	535		2,5	114

αERE : Исследовательский центр по атомной энергии  
(Харуэл)

LGC : Правительственная лаборатория по химии (Лондон)

WRC : Центр исследования вод (Стивенэйдж)

1) Для определения m и V смотри п.7.

## 10. Проверка помех

### 10.1. Загрязнение

Проверяйте загрязнение реактивов выпаривая объемы реактивов, применяемых при анализе, на отдельных предметных пластинках. Обеспечивайте, чтобы уровни их активности были ничтожны по сравнению с активностью пробы. Проверяйте загрязнение системы в целом, взяв 1 литр ± 10 мл дистиллированной воды, подкисленной 20 миллилитрами ± 1мл азотной кислоты (4.3), добавив туда 0,1А мг хроматографического реактива силикагеля, и измеряйте активность. Ее можно будет сравнить с активностью самой взвеси 0,1А мг силикагеля, полученной на системе счетчиков.

Гарантируйте также, чтобы эта активность была пренебрежимо мала по сравнению с активностью пробы. Если эта активность не очень мала, выбирайте реактивы с более низкой радиоактивностью, или включайте анализ заготовки в основной процесс проверки, используя процесс проверки загрязнения всей

системы, описанный в первом параграфе данного подпункта вместо процесса, описанного в 7.7.

### 10.2. Потери активности

Это очевидно, что некоторые радионуклиды будут утеряны в процессе анализа или не поддадутся измерению при помощи данного метода. Например,  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$  и некоторые  $^{35}\text{S}$  будут улетучиваться во время выпаривания и прокаливания.

Бета-излучатели низкой энергии практически не были бы при желании замерены, (или были бы замерены с очень низкой эффективностью) с  $0,1 \text{ мг мл}^{-2}$  ( $10 \text{ мг см}^{-2}$ ) самоабсорбцией и  $0,07 \text{ мг мм}^{-2}$  ( $7 \text{ мг см}^{-2}$ ) внешней абсорбцией. Из радионуклидов в серии урановых  $^{222}\text{Rn}$  был бы утрачен в процессе анализа, но при бета-излучении присутствуют  $^{214}\text{Bi}$  и  $^{226}\text{Ra}$ .

Таблица 2

Лабо- рато- рия	Пло- щадь источ- ника, $\text{см}^2$	Время под- счета, с	Число отсче- тов фона "с" $\text{с}^{-1}$	Эффектив- ность под- счета по $^{40}\text{K}$ (отче- ты каждо- го распа- да)	Степени свободы ( $n-1$ )	Обнаруженная активность	
						МБк $\text{I}^{-1}$	% с
QERE	19,6	$1,2 \times 10^4$	0,014	0,29	5	370	6,9
LGC	20,3	$6 \times 10^4$	0,116	0,29	5	401	3,7
WRC	19,6	$6 \times 10^4$	0,153	0,30	5	409	16,9

QERE : Исследовательский центр по атомной энергии (Харуэл)

LGC : Правительственная лаборатория по химии (Лондон)

WRC : Центр исследования вод (Стивенэйдж)

### 10.3. Изменения чувствительности системы

ПРИМЕЧАНИЕ 17. Неустранимое влияние самоабсорбции будет при-



водить к изменениям эффективности подсчета, которая зависит от состава воды. Чувствительность системы к радионуклидам, с которыми можно неожиданно столкнуться, должна быть определена при помощи добавления кремния или других чистых материалов в стандартные растворы с известными свойствами. После аккуратного просушивания и гомогенизации можно подготовить и подвергнуть счету источники толщиной  $0,001A$   $\text{мг/мм}^2$  ( $0,1A$   $\text{мг/см}^2$ ). Тогда можно будет определить чувствительность счетчика в числах отсчетов на каждую единицу активности (отсчеты  $\text{I/с} \cdot \text{Бк}$ ).

#### 10.4. Контроль качества

Следуйте советам изготовителей, касающихся контроля качества приборов, а также подготавливайте диаграммы гарантии качества уровней хлорида калия (смотри 7.8) и предметные пластины для фона (смотри 7.7), которые подвергаются отсчету для каждой партии проб.

Дальнейшую информацию можно получить в ИСО/СД 8465: -3), Руководство по контрольным диаграммам.

**ПРИМЕЧАНИЕ 18.** Рабочую характеристику можно проверить приготовив, по крайней мере, 6 источников для подсчета из порции воды в количестве  $\text{I л}$ , к каждой из которых добавлено известное количество хлорида калия. Количество добавки должно быть достаточным, чтобы обеспечивать после прокаливания, по крайней мере,  $0,1A$   $\text{мг}$  остатка для подготовки источника для подсчета активности.

## II. Правила

Гарантируйте соблюдение всех национальных и международных правил, регулирующих применение радиоактивных материалов

и сброса радиоактивных вод в месте, где они применялись.

## 12. Отчет о проверке

Отчет о проверке должен содержать следующую информацию:

- a) ссылку на данный № ИСО;
- b) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы, включая длительность отбора пробы;
- c) "большую бета" - активность в беккерелях на литр с точностью до третьего знака, если результат ниже предела обнаружения, то отметьте этот факт;
- d) фактическое время и дату подсчета и время отбора пробы;
- e) любую достойную внимания особенность, наблюдаемую в процессе определения;
- f) подробности о некоторых работах, не включенных в данный международный стандарт;
- g) какие-то работы по улучшению во время анализа, например, фильтрация пробы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(нормативное)

НАИБОЛЕЕ РАСПРОСТРАНЕННЫЕ ТВЕРДЫЕ ВЕЩЕСТВА  
В РАСТВОРЕ (TDS), ВЫСУШЕННЫЕ ПРИ 180°C

A.1. Характеристики этого метода

A.1.1. Определяемый объект

Нелетучее органическое и/или неорганическое вещество, которое не удаляется из воды во время фильтрации через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

A.1.2. Тип пробы

Естественные и загрязненные воды и некоторые очищенные сточные воды, но не морская вода или вода с высоким содержанием магния и хлорида (для уточнения смотри A.10).

A.1.3. Основа метода

Фильтрация через мембранный фильтр. Массу растворенного вещества в фильтрате определяют выпариванием, сушкой при 180°C и взвешиванием. (Смотри также A.10).

A.1.4. Диапазон применения

Нижний предел зависит от чувствительности имеющихся весов. Верхнего предела фактически не существует.

A.1.5. Стандартное отклонение (см. табл. A.1)

Таблица A.1

Общее количество растворенного твердого вещества, полученного высущиванием при 180°C мг/л	Стандартное отклонение (внутри дозы) мг/л	Степени свободы
569	5,32	9
343	5,54	9
202	2,89	9

Примечание - Данные предоставлены Mid - Kent Water Co

#### А.1.6. Предел обнаружения

Как было указано, около 10 мг/л, но это зависит от применяемых весов.

#### А.1.7. Чувствительность

Для аликвоты в 100 мл каждые 10 мг/л общих растворенных твердых веществ соответствуют изменению массы на 1 мг.

#### А.1.8. Помехи

Помехи обычно неопределимы, но с точки зрения методики, они несколько негативны и зависят от пробы. Однако, они могут быть слегка позитивны, если проба содержит соли, которые гигроскопичны. Некоторые органические смеси могут иметь угольную природу, некоторые смеси (например, соли аммония) могут улетучиваться.

#### А.1.9. Влияния

Никаких специфических опытов проводить не требуется, но воды, содержащие бикарбонат, могут потребовать продолжения просушивания при 180°C, чтобы гарантировать полное превращение бикарбоната в карбонат.

А.1.10. Время, необходимое для анализов зависит от вида пробы и длится обычно не более дня.

### А.2. Область применения

#### А.2.1. Цель

Данный метод определяет нелетучие органические и/или неорганические вещества, которые не удаляются из воды фильтрацией через мембранный фильтр 0,45 мкм.

#### А.2.2. Применимость

Данный метод применим к естественным и загрязненным водам и к некоторым очищенным сточным водам.

#### А.2.3. Определение общего количества растворенных твердых веществ

Для определения общего количества растворенных твердых

веществ может быть использован фильтрат после определения взвешенных веществ (мембранный метод фильтрации) (смотри А.8.1. примечание 20.).

### А.3. Принцип

Взвешенное вещество удаляют из замеренного объема пробы фильтрацией при пониженном давлении.

Фильтрат выпаривают до высыхания на паровой бане, а затем высушивают при 180°C перед тем, как общее количество твердых веществ определить взвешиванием.

### А.4. Помехи

Пробы, содержащие бикарбонат и/или гигроскопичные соли.

### А.5. Риск

Меры безопасности - Фильтрация при пониженном давлении требует применения безопасного фильтра.

### А.6. Реактивы

Деионизированная вода или свежедистиллированная вода.

### А.7. Аппаратура

А.7.1. Фильтры из целлюлозы либо мембранные фильтры, диаметром 47 мм с эффективным размером пор 0,45 мкм.

А.7.2. Притупленные пинцеты, для обращения с мембранными фильтрами.

А.7.3. Фильтровальная аппаратура, состоящая из съемной фильтровальной воронки, имеющей опорную плиту для мембранного фильтра.

А.7.4. Колба Бюхнера емкостью 500 мл.

А.7.5. Мензурка емкостью 250 мл.

А.7.6. Сушильная печь, регулируемая на  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

А.7.7. Эксикатор, имеющий показывающий свое наличие силикагель.

А.7.8. Аналитические весы, способные взвешивать с точностью  $\pm 0,1$  мг.

А.7.9. Механический или водяной вакуумный насос, для получения пониженного давления ( $0,0026$  МПа -  $0,0033$  МПа).

А.7.10. Водяная баня, с подставками для выпариваемых чашек.

А.7.11. Платиновые, стеклянные или фарфоровые чашки для выпаривания емкостью 150 мл. Платиновые чашки следует применять, когда имеется вероятность наличия в пробе фосфатов.

#### А.8. Процесс анализа

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ - Из предосторожности фильтрацию при пониженном давлении следует проводить после безопасного фильтра.

А.8.1. Пользуясь притупленным пинцетом (А.7.2) положите мембранный фильтр (А.7.1) на опорную плиту фильтровального узла (А.7.3), смочите фильтр дистиллированной водой и наденьте крышку этого узла. Промойте мембранный фильтр три раза дистиллированной водой по 50 мл, применяя незначительное разрежение после каждого промывания, с целью удаления воды. Удалите фильтрат (смотри примечания 19 и 20).

#### ПРИМЕЧАНИЯ

19. Для ориентировочного определения содержания растворенных твердых веществ можно использовать измерение удельной проводимости. Однако, точный коэффициент пересчета для типа анализируемой воды следует определять экспериментально.

20. Если используется фильтрат, полученный после определения взвешенных веществ (метод мембранного фильтра), обрабатывайте его, начиная с п. А.8.4.

А.8.2. Профильтруйте необходимый, хорошо перемешанный объем пробы таким образом, чтобы фильтрат не содержал свыше 200 мг растворенных твердых веществ (смотри Примечания 19 и 21).

ПРИМЕЧАНИЕ 21. Чрезмерно большой остаток в испарительной чашке может образовать корку, удерживающую под собой воду.

Запишите объем профильтрованной пробы, используя для определения мензурку (А.7.5). Обозначим его  $V_A$ , мл.

А.8.3. После фильтрования пробы промойте мембранный фильтр 3 раза (А.7.1) десятью мл воды, чтоб удалить растворимые твердые вещества, которые могут отложиться на фильтре. Долейте воду, полученную после промывания, в фильтрат пробы.

А.8.4. Просушите чистую испарительную чашку (А.7.11) при  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  в течение 1 часа, охладите в эксикаторе (А.7.7) и взвесьте с точностью до 1 мг. Обозначим эту массу через  $m_B$ , г.

А.8.5. Перелейте определенное количество фильтрата, смешанного с водой после промывания, в испарительную чашку и выпаривайте до высыхания на водяной бане (А.7.10) или на песочной бане с верхним инфракрасным подогревом.

А.8.6. Когда вся вода из фильтрата пробы испарится, поставьте испарительную чашку в сушильную печь (А.7.6) и высушите до постоянной массы (смотри примечания 22 и 23) при  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Охладите в эксикаторе и взвесьте. Пусть это будет масса  $m_C$ , г.

ПРИМЕЧАНИЯ

22. Постоянная масса считается достигнутой тогда, когда разность масс после двух последовательных циклов высушивания и взвешивания составит 0,5 мг или меньше. (Если экспериментально установлено, что для некоторых типов проб постоянство массы можно получить уже после двух циклов высушивания и взвешивания, то достаточно ограничиться лишь одним циклом).
23. Для проб, содержащих бикарбонат или гигроскопические соли, потребуется более длительное высушивание и быстрое взвешивание после охлаждения до температуры окружающего воздуха.

А.9. Вычисление результатов

Определите общее количество твердых растворимых веществ в мг/л, полученное в результате высушивания при 180°C пользуясь формулой

$$\frac{m_C - m_B}{V_A} \times 10^6,$$

где

$m_C$  - масса в граммах высушенного остатка и чашки;

$m_B$  - масса в граммах чашки;

$V_A$  - объем в миллилитрах профильтрованной пробы.

А.10. Варианты методики

А.10.1. Различные температуры прокаливания или сушки

Для некоторых целей образцы высушивают при 105°C или прокаливают при 450°C или 500°C до постоянной массы вместо 180°C. Если применяли один из этих вариантов, то об этом



факте следует сделать запись одновременно с результатом.

А.10.2. Пробы морской и солоноватой воды с высокой концентрацией как магния, так и хлорида.

При прокаливании их происходит гидролиз с исчезновением гидрохлорида и с образованием гидроксихлорида магния. Подходящая для такого случая методика приведена в /5/.

ПРИЛОЖЕНИЕ В  
(для сведения)

БИБЛИОГРАФИЯ

- /1/ Lederer C.M. и Shirley V. S. Таблица изотопов (7-е издание), J. Wiley & Sons Inc. Нью-Йорк (1978), с.1523.
- /2/ International Commission on Radiological Protection, Publication 38, Vols ,II-III, 1983, Превращения радионуклидов: Энергия и интенсивности излучений, Pergamon Press, Оксфорд.
- /3/ Sumerling T. J. и Darby S. C. Статистические аспекты интерпретации экспериментов по определению числа отсчетов при низких уровнях радиоактивности, NRPB - R113, Национальное управление по защите от радиоактивности, Великобритания (1981).
- /4/ Kocher D. C. Таблицы данных по радиоактивному распаду, DOE TIC -11026, (1981).
- /5/ Morris A. W. и Riley J. P. Deep Sea Research II (1964), с.899.