

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
РАСТВОРЫ РАДИЯ-226
2-го РАЗРЯДА ОБРАЗЦОВЫЕ

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

РД 50-373—82

Цена 3 коп.

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1983

РАЗРАБОТАНЫ Всесоюзным ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским институтом физико-технических и радиотехнических измерений **(ВНИИФТРИ)**

ИСПОЛНИТЕЛЬ

В. Л. Докукина

ВНЕСЕНЫ Государственным комитетом СССР по стандартам

Член Госстандарта Л. К. Исаев

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 декабря 1982 г. № 5195

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
РАСТВОРЫ РАДИЯ-226 2-го РАЗРЯДА
ОБРАЗЦОВЫЕ

Методы и средства поверки

РД
50-373—82

Утверждены Постановлением Госстандарта от 28 декабря 1982 г. № 5195, срок введения установлен с 01.07. 1984 г.

Настоящие методические указания распространяются на образцовые растворы радия-226 2-го разряда (далее — растворы радия-226), предназначенные для поверки аппаратуры в области радиометрии, и устанавливают методы и средства их первичной и периодической поверок.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр — п. 5.1;
- (приготовление подложки для радиоактивного источника — п. 5.2;
- приготовление радиоактивного источника — п. 5.3;
- определение активности радионуклидов в источнике — п. 5.4;
- определение метрологических параметров — п. 5.5;
- определение относительного содержания полония-210 в источнике — п. 5.5.1;
- определение активности радия-226 в источнике — п. 5.5.2;
- определение удельной активности радия-226 в растворе — п. 5.5.3.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие средства:

- установка с проточным 2π-счетчиком для измерения активности радионуклидов в источниках альфа-излучения в пределах $1—10^4$ Бк с погрешностью 2% при доверительной вероятности 0,99 (прибор типа 2154-1М («Протока»);

© Издательство стандартов, 1983

альфа-спектрометр, обладающий энергетическим разрешением не более 1% с детектором, рабочая площадь которого не менее 1 см^2 (устройство спектрометрическое СЭА-01 ЖШ1.267.813 и многоканальный амплитудный анализатор по ГОСТ 16957—80);

образцовые альфа-источники 1-го разряда с радионуклидом плутония-239 с погрешностью не более 5% в доверительном интервале 0,99;

образцовые спектрометрические альфа-источники 1-го разряда с радионуклидом радия-226 (ОСАИ) с погрешностью не более 5% в доверительном интервале 0,99;

полиэтиленовые пикнометры объемом не менее $0,5 \text{ см}^3$;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

аналитические весы типа ВЛА-200-М с погрешностью не более 2%;

форвакуумный насос производительностью не менее $10^{-2} \text{ м}^3/\text{мин}$ по ГОСТ 14708—77;

сосуд с кранами объемом не менее 2 дм^3 ;

манометр, обеспечивающий измерение давления до 20000 Па, по ГОСТ 9933—75;

инсулин, концентрацией 40 ед. на 1 мм^3 ;

дистиллированная вода по ГОСТ 6709—72;

амилацетат;

коллоид;

барботер с притертыми кранами объемом не менее 50 см^3 ;

установка вакуумного напыления по ГОСТ 5.70—68;

линейка измерительная по ГОСТ 427—75;

вытяжной шкаф.

2.2. Допускается применять другие средства поверки, удовлетворяющие по точности требованиям настоящих методических указаний.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;

атмосферное давление $(100000 \pm 4000) \text{ Па}$ [$(750 \pm 30) \text{ мм рс. ст.}$];

внешний гамма-фон не более $2,58 \cdot 10^{-11} \text{ А/кг}$;

напряжение питающей сети $(220 \pm 22) \text{ В}$, при частоте 50 Гц.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Все работы должны быть проведены в соответствии с «Основными санитарными правилами работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений» № 950—72 (ОСП—72), «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденными Госэнергонадзором.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие комплектности, маркировки, целостности стеклянной ампулы с раствором радия-226 требованиям, установленным в обязательном приложении.

5.2. Приготовление подложки для радиоактивного источника

Готовят раствор коллодия в амилацетате. Концентрация раствора должна быть такой, чтобы сухой остаток капли составлял 0,6 мкг. Поверхностная плотность образующейся пленки должна быть (20 ± 5) мкг/см². Одну-две капли раствора коллодия в амилацетате наносят на поверхность воды. Пленку, образовавшуюся на поверхности воды, снимают на кольцо из металлической фольги с внешним диаметром 35 мм и внутренним диаметром 10 мм. Пленку на кольце помещают в вакуумную установку и напыляют на нее слой золота или палладия с поверхностной плотностью 10 мкг/см².

В качестве подложки может быть использована органическая пленка, металлизированная золотом или палладием.

5.3. Приготовление радиоактивного источника

Раствор радия-226 переливают в барботер с притертыми кранами и удаляют из него радон и его дочерние продукты. Барботер с раствором радия-226 соединяют резиновым шлангом с сосудом с кранами. Кран барботера закрывают. В сосуде с кранами создают давление не более 13300 Па (100 мм рт. ст.). В барботере, медленно открывая кран, устанавливают такой режим барботажа, при котором через раствор проходит не более 2 пузырьков воздуха в секунду. Барботажа проводят не менее 3 ч.

Для равномерного распределения радиоактивного раствора на готовую подложку пикнометром наносят одну каплю инсулина. Эту каплю убирают тем же пикнометром. На ее место другим пикнометром наносят каплю дистиллированной воды и убирают ее. Третьим пикнометром отбирают из барботера 50—100 мг раствора радия-226 и наносят не более 50 мг на подложку. Массу раствора радия-226 определяют взвешиванием пикнометра до и после нанесения раствора на подложку. Измерения проводят не менее трех раз.

Радиоактивный источник начинают готовить за час до окончания барботажа раствора радия-226.

Из одной ампулы раствора радия-226 готовят не менее 10 радиоактивных источников. Раствор, оставшийся в барботере после проверки, переливают в ампулу и запаивают ее.

5.4. Определение активности радионуклидов в источнике

Установку с 2π-счетчиком включают согласно технической документации на данную установку. Рабочее напряжение 2π-счетчика выбирают в области плато счетной характеристики для

альфа-источников, при этом эффективность счетчика к бета-излучению должна быть близка к нулю.

Определяют среднюю скорость счета фона установки \bar{N}_ϕ (имп/с) по формуле

$$\bar{N}_\phi = \frac{\sum_{i=1}^n N_{i\phi}}{n \cdot t_\phi}, \quad (1)$$

где $N_{i\phi}$ — число импульсов i -го наблюдения значения фона за время t_ϕ , с, n — число наблюдений.

Помещают образцовый альфа-источник 1-го разряда с радионуклидом плутония-239 (далее — образцовый источник) под детектор, соблюдая при этом расположение, которое будет принимать источник, приготовленный из раствора радия-226. Определяют эффективность регистрации альфа-излучения установки $\bar{\varepsilon}$ (имп./част.) по формуле

$$\bar{\varepsilon} = \frac{1}{N_{\text{Pu}}} \cdot \left(\frac{\sum_{i=1}^n N_{i\text{p}}}{nt} - \bar{N}_\phi \right) = \frac{\bar{N}_\text{p} - \bar{N}_\phi}{N_{\text{Pu}}}, \quad (2)$$

где $N_{i\text{p}}$ — число зарегистрированных импульсов от образцового источника при i -м наблюдении за время t , с, \bar{N}_p — среднее число зарегистрированных импульсов в единицу времени, N_{Pu} — внешнее излучение от образцового источника в угле 2π .

Среднее квадратическое отклонение результата измерения $\bar{\varepsilon}$, $S(\bar{\varepsilon})$, вычисляют по формуле

$$S(\bar{\varepsilon}) = \frac{1}{N_{\text{P1}}} \sqrt{\frac{\bar{N}_\text{p}}{t} + \frac{N_\phi}{t_\phi} + \bar{\varepsilon}^2 \left(\frac{\Theta_{\text{Pu}} \cdot N_{\text{Pu}}}{2 \cdot 100} \right)^2}, \quad (3)$$

где t и t_ϕ — время, в течение которого регистрировались $N_{i\text{p}}$ и $N_{i\phi}$, Θ_{Pu} — погрешность образцового источника, указанная в нормативно-технической документации (далее — НТД) на источник.

Источник с радионуклидом радия-226 помещают в установку и определяют число импульсов $N_{\text{изм}}$ за время t , с. Измерения проводят не менее 10 раз. Находят среднее значение \bar{N} (имп./с) по формуле

$$\bar{N} = \frac{\sum_{i=1}^n N_{i\text{изм}}}{n \cdot t} - \bar{N}_\phi = \bar{N}_{\text{изм}} - \bar{N}_\phi. \quad (4)$$

Среднее квадратическое отклонение результата измерения \bar{N} , $S(\bar{N})$, вычисляют по формуле

$$S(\bar{N}) = \sqrt{\frac{\bar{N}_{\text{изм}}}{t} + \frac{\bar{N}_\phi}{t_\phi}}. \quad (5)$$

Активность радионуклидов в источнике A_H (Бк) определяют по формуле

$$A_H = a \cdot \frac{\bar{N}}{\varepsilon}, \quad (6)$$

где a (расп/част.) — коэффициент перехода от внешнего излучения (част./с) к активности альфа-источника (Бк), $a=2$ для 2π -геометрии.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения A_H , $S(A_H)$, вычисляют по формуле

$$S(A_H) = A_H \sqrt{\frac{S(\bar{N})^2}{\bar{N}^2} + \frac{S(\varepsilon)^2}{\varepsilon^2}}. \quad (7)$$

5.5. Определение метрологических параметров

5.5.1. Определение относительного содержания полония-210 в источнике

Альфа-спектрометр настраивают по образцовым спектрометрическим альфа-источникам 1-го разряда с радионуклидом радия-226. Источник с радионуклидом радия-226 помещают в блок детектирования альфа-спектрометра. Снимают энергетический спектр альфа-излучения источника, приготовленного из раствора радия-226.

Определяют относительное содержание полония-210 в источнике k по формуле

$$k = \frac{\bar{N}_{Po}}{\bar{N}_H}, \quad (8)$$

где \bar{N}_{Po} — среднее число импульсов от альфа-излучения полония-210 (с учетом фона); \bar{N}_H — среднее число импульсов от альфа-излучения нуклидов в источнике.

Значение k не должно превышать 0,1.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения k , $S(k)$, вычисляют по формуле

$$S(k) = k \cdot \sqrt{\frac{S(\bar{N}_{Po})^2}{\bar{N}_{Po}^2} + \frac{S(\bar{N}_H)^2}{\bar{N}_H^2}}. \quad (9)$$

5.5.2. Определение активности радия-226 в источнике

Активность радия-226 определяют по формуле

$$A_{Ra} = A_H(1-k). \quad (10)$$

Значение активности радия-226 должно находиться в пределах, указанных в обязательном приложении.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения A_{Ra} , $S(A_{Ra})$, вычисляют по формуле

$$S(A_{Ra}) = A_{Ra} \cdot \sqrt{\frac{S(A_H)^2}{A_H^2} + \frac{S(k)^2}{(1-k)^2}}. \quad (11)$$

5.5.3. *Определение удельной активности радия-226 в растворе*
 Удельную активность радия-226 в растворе A (Бк/г) определяют по формуле

$$A = \frac{A_{Ra}}{\bar{m}}, \quad (12)$$

где \bar{m} — среднее значение массы раствора радия-226, нанесенного на подложку.

Суммарную погрешность результата определения A , Θ_A , по одному источнику вычисляют по формуле

$$\Theta_A = A \sqrt{\frac{S(A_{Pa})}{A_{Pa}^2} + \frac{S(\bar{m})^2}{\bar{m}^2} + \frac{\Theta_m^2}{3}}, \quad (13)$$

где $S(\bar{m})$ — среднее квадратическое отклонение результата измерения массы раствора радия-226, которое вычисляют по формуле

$$S(\bar{m}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - \bar{m})^2}{n(n-1)}}, \quad (14)$$

Θ_m — погрешность определения массы, указанная в НТД на весы.

Границы неисключенной систематической погрешности в двустороннем доверительном интервале 0,99 вычисляют по формуле

$$\Theta = 1,4\Theta_A. \quad (15)$$

Удельную активность радия-226 в одном растворе радия-226 определяют не менее чем по 10 радиоактивным источникам, приготовленным из него.

Среднее значение удельной активности радия-226 вычисляют по формуле

$$\bar{A} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n}. \quad (16)$$

Значение удельной активности радия-226 \bar{A} должно находиться в пределах, указанных в обязательном приложении.

Среднее квадратическое отклонение результата измерения \bar{A} , $S(\bar{A})$, вычисляют по формуле

$$S(\bar{A}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}{n(n-1)}}, \quad (17)$$

где A_i — i -й результат измерения величины удельной активности радия-226

Доверительные границы ε погрешности результата измерения вычисляют по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S(\bar{A}), \quad (18)$$

где t — коэффициент Стьюдента, который выбирают для двусторонней доверительной вероятности 0,99 в зависимости от числа измерений из ряда:

Число измерений $n-1$	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Значение коэффициента Стьюдента	3,25	3,17	3,11	3,05	3,01	2,98	2,95	2,92	2,90	2,88	2,86

Суммарное среднее квадратическое отклонение результата измерения \bar{A} , S_{Σ} , вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S(\bar{A})^2 + \frac{\theta_A^2}{3}} \quad (19)$$

Границы погрешности результата измерения Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = K \cdot S_{\Sigma}. \quad (20)$$

Коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{\theta^2 + \varepsilon}{S(\bar{A}) + \sqrt{\frac{\theta_A^2}{3}}}. \quad (21)$$

Значение Δ не должно превышать 7% в доверительном интервале 0,99

5.6 Результаты поверки заносят в протокол, в котором указывают

наименование образцового раствора, его номер, год выпуска, наименование организации, проводившей поверку, наименование образцовых средств, применяемых при поверке, их номера; результаты поверки, дату поверки

Протокол подписывает лицо, проводившее поверку.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 На растворы, прошедшие поверку в соответствии с требованиями настоящих методических указаний, выдают свидетельство по форме, установленной Госстандартом

6.2 На оборотной стороне свидетельства записывают удельную активность радия-226 в растворе, в беккерелях на грамм, содержание полония-210 в растворе,

относительную погрешность определения удельной активности в доверительном интервале 0,99, в процентах

6.3. Образцовые растворы, не соответствующие требованиям настоящих методических указаний, бракуют и к применению не допускают.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ,
предъявляемые к образцовым растворам радия-226 2-го разряда

1 Образцовый раствор радия-226 2 го разряда представляет собой раствор радия-226 в двуномальной азотной кислоте, заключенный в запаянную стеклянную ампулу, и аггестованный в установленном порядке. Каждая ампула должна быть помещена в дополнительную наружную упаковку

2 Объем раствора в ампуле должен составлять (30 ± 3) см³

3 Номинальное содержание радия 226 в образцовом растворе должно быть в пределах $10^{-6} - 5 \cdot 10^{-10}$ г

4 Активность радия-226 должна быть от 18,5 до $3,7 \cdot 10^4$ Бк

5 Относительное содержание полония-210 в образцовом растворе не должно превышать 0,1 активности радия 226

6 Удельная активность радия-226 в образцовом растворе должна быть от 0,4 до 1,3 Бк/г

7 Активность примесей посторонних нуклидов в образцовом растворе не должна превышать 0,5% активности радия-226.

8 Каждая ампула должна быть маркирована, иметь при себе документацию с указанием наименования раствора, организации-изготовителя, номера, присвоенного при изготовлении, года изготовления раствора

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Растворы радия-226 2-го разряда образцовые.

Методы и средства поверки.

РД 50-373—82

Редактор *Н. А. Аргунова*

Технический редактор *В. Н. Малькова*

Корректор *И. Л. Асауленко*

Н/К

Сдано в наб 09 03 83 Подп к печ 23 06 83 Т—08896 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага
типографская № 1 Гарнитура литературная Печать высокая 0,75 усл. печ. л 0,52 уч-изд. л.
Тираж 2000 Зак 280 Изд № 7708/4 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер, 3
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер, 6.