

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТИ ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ И КОРМОВ НА ОДНОКРИСТАЛЬНОМ СЦИНТИЛЛЯЦИОННОМ ГАММА-РАДИОМЕТРЕ РКГ-АТ1320

Отбор проб пищевых продуктов, сельскохозяйственного сырья, кормов

Общие принципы пробоотбора. Как правило, анализируемый компонент распределен в окружающей среде неравномерно. Однако на практике исследователю приходится ограничивать количество отбираемых проб. Построение картины распределения на основе ограниченного набора экспериментальных данных является наиболее слабым звеном в анализе. Непредставительный или некорректный пробоотбор сводит на нет дальнейшую последовательность действий, лишает получаемый результат практической ценности. Планируя пробоотбор, необходимо решить следующие основные вопросы:

- Какие пробы и где следует отбирать
- Сколько отбирать проб и какого объема.

Дать ответ на эти вопросы можно, руководствуясь следующими соображениями:

• Проба должна быть **представительной**, т. е. отражать состав исследуемого компонента окружающей среды.

• Пробоотбор и дальнейший анализ объектов взаимосвязаны. Метрологические характеристики выбранного метода анализа и ожидаемые содержания анализируемого компонента определяют необходимый объем пробы. От того, как планируется анализировать пробу, зависят требования к условиям ее консервирования и хранения.

Основные определения:

– партия – это любое количество продукта, однородного по качеству, предназначенного к одновременной сдаче, отгрузке, хранению в одном складе или убранный с одного поля;

– точечная проба – это небольшое количество продукта, отобранного из партии в один прием для составления объединенной пробы;

– объединенная проба – это совокупность всех точечных проб отобранных из одной партии;

– средняя проба – это проба, выделенная из объединенной пробы и характеризующая радиоактивное загрязнение всей партии продукции

Краткие теоретические сведения. Порядок отбора проб пищевых продуктов включает в себя выделение однородной по радиационному фактору партии, определение количества средних проб, необходимых для проведения радиационного контроля, отбор точечных проб, составление объединенной пробы и формирование из нее средней, которая поступает на лабораторное исследование.

Однородность партии определяется путем измерения мощности дозы гамма-излучения с помощью дозиметрических приборов, имеющих достаточную чувствительность (нижний предел измерения не более 0,1 мкЗв/ч (10 мкР/час). Партия считается однородной, если в разных точках контролируемой партии результаты измерений различаются не более, чем на 50% от средних значений измеренных величин.

Величины точечных проб продуктов и их количество зависят от требуемой величины объединенной пробы. При расфасовке в бутылки, пакеты, пачки и т.п. они рассматриваются как точечные пробы.

Из точечных проб составляют объединенную, помещая их в одну емкость и перемешивая. Масса или объем объединенной пробы должна быть достаточной для формирования средней, но не более ее трехкратного количества. Количество объединенных проб зависит от величины партии.

Отбор проб твердых сыпучих объектов проводят методом квартования, жидких – после тщательного перемешивания.

Документально отбор проб оформляется актом отбора пробы в 2-х экземплярах и этикеткой к каждой пробе. Отбор проб продуктов питания, сельскохозяйственного сырья и кормов проводится по следующим стандартным методикам:

- отбор проб молока и молочных продуктов осуществляется в соответствии с СТБ 1051-98 Радиационный контроль ОТБОР ПРОБ МОЛОКА И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТОВ Общие требования.

- отбор проб мяса проводится в соответствии с СТБ 1050-2008 Радиационный контроль ОТБОР ПРОБ ПРОДУКЦИИ ЖИВОТНОВОДСТВА Общие требования.

- отбор проб кормов производится в соответствии с СТБ 1056-98 Радиационный контроль ОТБОР ПРОБ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО СЫРЬЯ И КОРМОВ Общие требования.

Гамма-радиометр РКГ-АТ1320А относится к стационарным средствам измерения спектрометрического типа и может использоваться для радиоэкологического мониторинга объектов окружающей среды и контроля качества продукции в лабораториях радиационного контроля предприятий агропромышленного комплекса, лесного хозяйства, медицинских учреждений, строительных организаций и службами радиационной безопасности других министерств и ведомств.

В качестве детектора гамма-излучения используется сцинтилляционный блок детектирования с кристаллом NaI (Т1) размером 63х63 мм.

Радиометр предназначен для измерения объемной и удельной активности радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K в воде, продуктах питания, кормах, почве, строительных материалах, промышленном сырье и других объектах окружающей среды. Измерение производится в сосуде Маринелли емкостью 1 л или в плоских сосудах емкостью 0,5 и 0,1 л;

Накопленная информация о спектре гамма - излучения пробы выводится на жидкокристаллический индикатор (ЖКИ) и обрабатывается средствами программного обеспечения блоком обработки информации (БОИ).

Питание радиометра осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 (+22; -33) В частотой (50 ± 2) Гц при помощи адаптера сетевого (АС).

Технические характеристики радиометров.

Диапазоны измерения ОА (УА) радионуклидов ^{137}Cs , ^{40}K для проб плотностью 1 г/см^3 соответствуют значениям, приведенным в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Диапазоны измерения ОА (УА) радионуклидов

Геометрия измерения (ёмкость сосуда)	Диапазоны измерений объёмной (удельной) активности радионуклидов, Бк/л (Бк/кг)			
	^{137}Cs	^{40}K	^{226}Ra	^{232}Th
Сосуд Маринелли (1,0 л)	$3,7 - 1 \cdot 10^5$	$50 - 2 \cdot 10^4$	$10 - 1 \cdot 10^4$	$10 - 1 \cdot 10^4$
Плоский сосуд (0,5 л)	$20 - 4 \cdot 10^3$	$200 - 2 \cdot 10^3$	–	–
Сосуд Дента (0,1 л)	$50 - 1 \cdot 10^6$	$500 - 2 \cdot 10$	–	–

Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерения ОА (УА) радионуклидов ^{137}Cs , ^{40}K не превышают $\pm 20 \%$.

Устройство и принцип работы.

Принцип действия радиометра основан на накоплении и хранении амплитудных спектров импульсов в блоке детектирования гамма-излучения (БД). Амплитуда импульсов, пропорциональная энергии гамма-излучения, преобразуется в цифровой код, который хранится в запоминающем устройстве (ЗУ) БД. Информация из ЗУ в реальном масштабе времени считывается БОИ и после обработки выводится на ЖКИ. АС обеспечивает питание БД и БОИ.

Конструкция радиометра. Радиометр представляет собой стационарную конструкцию и построен по блочно-модульному принципу. Радиометр состоит из:

- блока детектирования, размещаемого в блоке защиты (БЗ);
- блока обработки информации, устанавливаемого на БЗ;
- адаптера сетевого.

Конструкция БД (рисунок 1) состоит из металлических корпусов цилиндрической формы. Корпуса соединяются между собой винтами и резьбовыми соединениями.

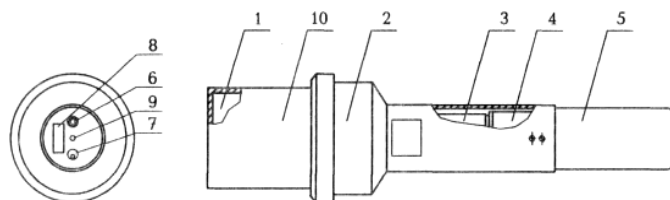
В корпусе (2), который одновременно выполняет функцию экрана, расположены фотоэлектронный умножитель ФЭУ (3) и делитель напряжения (4).

В корпусе (5) расположены печатные платы устройства обработки БД, усилителя и преобразователя напряжения, установленные в направляющих, на которых закреплена панель с соединителями для подключения интерфейсного кабеля и АС.

В корпусе (10), являющимся одновременно экраном, закреплен сцинтилляционный детектор.

В конструкции БД используются резиновые уплотнители, обеспечивающие защиту от пыли и света.

Все корпуса имеют гальваническое или лакокрасочное защитное покрытие, допускающее проведение дезактивации спиртом.



1 - детектор, 2 - корпус, 3 - ФЭУ, 4 - делитель,
5 - корпус усилителя, 6 – соединитель интерфейсного кабеля,
7 – разъем питания, 8 – этикетка, 9 – пломба, 10 - корпус.

Рис. 1. Общий вид БД.

Конструкция БОИ (рисунок 2) состоит из металлического унифицированного корпуса (1), внутри которого располагается печатная плата, и двух крышек (2). На одной из крышек расположены разъёмы для подключения питания и БД, на другой - этикетка (3). Для обеспечения пыле-брызго-защиты корпус имеет уплотнители (4).

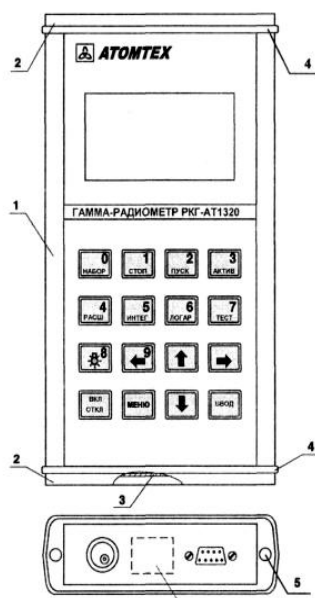
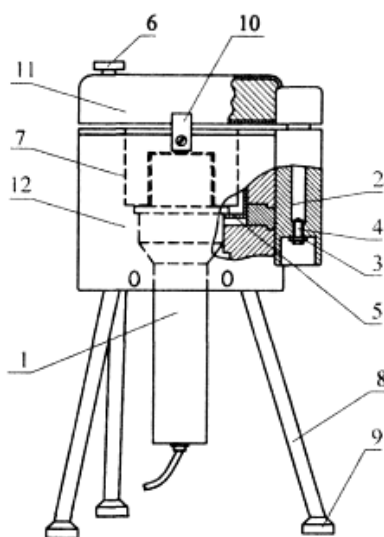


Рис.2 - Общий вид БОИ:

1 - корпус, 2 - крышки, 3 - этикетка, 4 - уплотнители, 5 - пломба.

БЗ (рисунок 3) имеет стационарное исполнение и состоит из крышки (11), корпуса (12) и трех ножек (8) с опорами (9).

Крышка и корпус выполнены как сварные конструкции из стальных труб и имеют полимерное покрытие. Внутри корпуса и крышки БЗ размещен свинец в виде отдельных колец. В корпусе БЗ установлен экран (5) из нержавеющей листовой стали, в котором устанавливаются БД (1) и сосуд (7) с пробой.



1 - БД, 2 - ось, 3 - гайка, 4 - винт, 5 - экран,
6 - ручка, 7 - сосуд Маринелли, 8 - ножка, 9 - опора,
10 - фиксатор крышки, 11 - крышка, 12 - корпус.

Рис.3 - Общий вид БЗ

Сосуд Маринелли 1,0 л и плоский сосуд 0,5 л изготовлены из пластмассы. В верхней части внутренней поверхности сосудов выполнены метки в виде кольцевой ступеньки для определения уровня заполнения нормируемого объема:

Верхняя плоскость сосудов заканчивается плоским ободком, который используется для установки сосудов в БЗ и их извлечения из БЗ. В составе радиометров используется также сосуд объемом 0,1 л типа Дента, который в комплект поставки не входит. Допускается использовать в качестве сосуда Дента пластмассовую упаковку для зубного порошка, выпускаемого по ГОСТ 5 972-77.

Меры безопасности.

По способу защиты от поражения электрическим током радиометры относятся к классу II ГОСТ 12.2.091-2002.

В блоке детектирования радиометров имеются электрические цепи с напряжением до 1200 В. Поэтому **проводить подключение блоков допускается только при отключенном питании радиометров.**

При работе с радиометрами обслуживающим персоналом должны выполняться общие правила работы с электрическими установками.

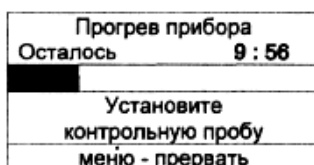
Лица, допущенные к работе, должны иметь соответствующую техническую квалификацию и подготовку, а также уметь своевременно оказать помощь пострадавшему от электрического тока.

При измерении объемной и удельной активности радионуклидов в пробах и метрологической поверке радиометров необходимо соблюдать требования 2.6.1.8-2002 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСП-2002)» и гигиенических нормативов ГН 2.6.1.8-127-2000 «Нормы радиационной безопасности (НРБ -2000)».

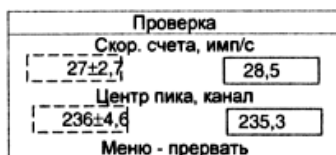
Контрольная проба изготовлена на основе калия хлористого галургического ГОСТ 4568-95, помещенного в герметичный сосуд Маринелли. Работа с данной пробой не требует специальных мер радиационной защиты и контроля.

ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

1. Включите радиометр. Для этого нажмите кнопку ВКЛ, на экране на несколько секунд появится надпись «АТОМТЕХ», а затем сообщение:



Прогрев радиометров идет в течение 10 мин. В процессе прогрева установить контрольную пробу и закрыть БЗ. По окончании прогрева автоматически производится проверка сохранности градуировки радиометров. При прохождении проверки на экране высвечиваются нормируемые и текущие значения скорости счета в имп/с и центра пика в каналах:



Значения, высвечиваемые в окне, выделенном на приведенной выше иллюстрации штриховыми линиями – нормируемые, индивидуальные для каждого прибора, значения в другом окне – текущие.

Если положение центра пика соответствует нормируемому значению, то появляется сообщение «Проверка завершена».

Если положение центра пика не соответствует нормируемому значению, то радиометры автоматически проведут стабилизацию (корректировка напряжения питания ФЭУ, обеспечивающая приведение характеристик радиометров в соответствие с их градуировочными параметрами), затем повторяют проверку, по окончании которой раздается звуковой сигнал и на ЖКИ появится сообщение «Проверка завершена».

Следует помнить, что неиспользуемая контрольная проба при измерениях и проверках должна находиться от БЗ на расстоянии не менее 2 м.

2. Выполните оперативный контроль фона

Фоновые спектры, т.е. спектры, регистрируемые радиометрами в отсутствие источника ионизации, могут оказывать существенное влияние на точность измерений, особенно при измерении малых активностей. Уровень фона в общем случае зависит от климатических условий, месторасположения радиометра, внешнего гамма-фона, радиационной чистоты поверхности БД, БЗ и измерительного сосуда.

Измеренные спектры рабочих фонов записываются в память радиометра. Поэтому при неизменных условиях работы фон можно определять не перед каждым измерением, а значительно реже, например, один раз в месяц или перед проведением серии измерений проб заведомо малой активности.

Время набора фоновых спектров при измерении малых активностей должно быть не менее 3 ч. Для удобства работы рекомендуется заранее провести измерение и записать

в память фоновые спектры для всех типов сосудов. Кроме того, в памяти радиометра должен храниться контрольный фоновый спектр, измеряемый не реже одного раза в месяц. Ежедневно перед началом измерений рекомендуется проводить оперативный контроль неизменности фона и по результатам проверки принимать решение о необходимости проведения новых измерений фоновых характеристик.

Измерение фоновых характеристик производится в следующей последовательности:

а) установите в БЗ измерительный сосуд, заполненный дистиллированной водой (если плотность пробы менее $0,3 \text{ г/см}^3$, измерение проводится без воды и сосуда);

б) закройте БЗ;

в) нажмите кнопку **НАБОР**, при этом на ЖКИ появляется следующее сообщение:

Параметры набора	
Время, с	0
Масса, г	<input type="text" value="0"/>
Геом. Маринелли, л	1
Ввод - начать	

задайте следующие параметры:

- время набора - не менее 10800 с (3 ч);
- масса пробы - в соответствии с массой воды в установленном сосуде (если плотность пробы менее $0,3 \text{ г/см}^3$, то задается масса пробы - 1 г);
- геометрия измерения - в соответствии с установленным сосудом.

Нажмите кнопку **ВВОД**;

Примечание – Изменение времени измерения, массы пробы и геометрии измерения проводят поочередно в окне редактирования, которое перемещают с помощью кнопок «↑» или «↓». Задают значение массы и времени измерения с помощью соответствующих цифровых кнопок. Стирание ошибочно введенной цифры и выбор геометрии измерения проводят кнопкой «←→».

г) после завершения набора запишите измеренный спектр в память радиометра в качестве рабочего фона для соответствующей геометрии измерения. Для этого необходимо нажать кнопку **МЕНЮ** в режиме «Спек» выбрать функцию «Зап.фон» и нажать кнопку **ВВОД**.

Извлечь сосуд из БЗ.

Аналогично производится измерение рабочих фоновых спектров для всех типов измерительных сосудов, используемых в радиометре.

Оперативный контроль фона проводится ежедневно перед началом измерений с целью проверки неизменности фона.

Проверка фона производится сразу после проверки градуировки радиометра. Для этого нужно **извлечь контрольную пробу из БЗ** и нажать кнопку **ВВОД**, при этом на экране появится нормируемое и измеряемое значение скорости счета в имп/с; После окончания контроля (через 3-5 мин) появление сообщения «**Фон в норме**» свидетельствует о неизменности фона. При появлении сообщения «**Фон не в норме**» следует повторить контроль фона, для этого нужно: нажать кнопку **МЕНЮ**, выбрать позицию **КОН.Ф**, затем нажать кнопку **ВВОД**. При повторном появлении сообщения «**Фон не в норме**» необходимо выяснить причины изменения фона. Повышенный фон может быть связан с радиоактивным загрязнением блока детектора радиометра или с наличием в непосредственной близости от рабочего места радиоактивного источника. В этом случае следует устранить источник радиации (выполнить дезактивацию блока детектора или убрать источник) и повторить контроль фона.

Если изменение фона связано с изменением внешних радиационных условий, необходимо провести новые измерения фоновых характеристик.

Примечание - положительный результат проведения оперативного контроля фона с размещенным в БЗ пустым измерительным сосудом является свидетельством радиационной чистоты сосуда.

3. Измерьте удельную активность проб.

Для этого предварительно измерьте рабочий фоновый спектр и подготовьте пробу. Измерительный сосуд должен быть заполнен веществом пробы до отметки или объем пробы должен быть предварительно измерен с погрешностью не более $\pm 2 \%$. Если плотность пробы отлична от 1 г/см^3 , то необходимо определить массу пробы с погрешностью не более $\pm 2 \%$.

Последовательность измерения:

а) поместите сосуд с пробой в БЗ. Закройте БЗ.

б) перейдите, при необходимости, в поле спектра (исходное состояние радиометра) - нажав кнопку **МЕНЮ**, а затем перейдите в режим набора спектра (нажав кнопку **НАБОР**) и задайте значения продолжительности измерения, массы пробы и геометрии измерения, нажмите кнопку **ВВОД**. Время измерения можно установить приблизительно, т. к. при необходимости набор спектра может быть продолжен. При задании времени, равного нулю, измерение продолжается до принудительной остановки, осуществляемой нажатием кнопки **СТОП**. Геометрия измерения вводится в соответствии с используемым измерительным сосудом.

При измерении ОА (УА) гамма-излучающих радионуклидов менее 100 Бк/л (Бк/кг) для минимизации времени предпочтительно использовать сосуд Маринелли емкостью 1,0 л.

в) после остановки прибора для определения УА радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K нажмите кнопку **АКТИВ** (для определения ОА необходимо повторно нажать кнопку **АКТИВ**).

г) полученные результаты объемной и удельной активности занесите в нижеприведенную форму (табл. 1.5), сделайте заключение о радиологическом качестве измеренной пробы.

Таблица 1.5 – Результаты измерений

Проба	Масса или объем пробы	ОА (УА)				Предельно-допустимое содержание Cs-137, Бк/кг	Заключение
		¹³⁷ Cs		⁴⁰ K			
		Бк/кг	погрешность измерения, Бк/кг	Бк/кг	погрешность измерения, Бк/кг		
1	2	3	4	5	6	7	8

Контрольные вопросы

1. Какие объекты подлежат радиационному контролю?
2. Чем следует руководствоваться при отборе проб для радиационного контроля?
3. Назовите основные стандарты Республики Беларусь (СТБ) в области радиационного контроля.
4. Какие этапы включает в себя методика отбора проб для радиационного контроля?
5. Что такое точечная проба и как она отбирается?
6. Как формируется объединенная проба и как она отбирается?
7. Как формируется средняя проба?
8. Что такое партия продукта и как определяется ее однородность?
9. В каком случае партия считается однородной?
10. Что собой представляет гамма-излучение?
11. Чем отличаются гамма-кванты разных радионуклидов?
12. Из каких блоков состоит гамма-радиометр?
13. Из каких этапов состоит процедура измерения удельной активности проб?
14. Какую информацию о пробе необходимо ввести в память гамма-радиометра перед выполнением измерения?
15. Какая информация высвечивается на индикаторе гамма-радиометра по окончании измерения?
16. Как вывести на индикатор информацию об удельной активности калия-40 в пробе?
17. Как сделать вывод о пригодности к использованию контролируемых продуктов питания, сельскохозяйственного сырья и кормов?
18. Для каких целей используется гамма-радиометр РКГ– АТ1320А?
19. Каковы диапазоны измерения ОА (УА) цезия-137 у гамма-радиометров РКГ – АТ1320А