

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6053:2011

ISO 9696:2007

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – ĐO TỔNG HOẠT ĐỘ PHÓNG XẠ
ALPHA TRONG NƯỚC KHÔNG MẶN –
PHƯƠNG PHÁP NGUỒN DÀY**

*Water quality – Measurement of gross alpha activity in
non-saline water – Thick source method*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 6053:2011 thay thế TCVN 6053:1995 (ISO 9696:1992).

TCVN 6053:2011 hoàn toàn tương đương ISO 9696:2007

TCVN 6053:2011 do Tổng cục Môi trường biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất lượng nước – Đo tổng hoạt độ phóng xạ alpha trong nước không mặn – Phương pháp nguồn dày

Water quality – Measurement of gross alpha activity in non-saline water – Thick source method

CẢNH BÁO – Người sử dụng tiêu chuẩn này cần phải thành thạo với các thực hành trong phòng thí nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập tới mọi vấn đề an toàn liên quan đến người sử dụng. Trách nhiệm của người sử dụng là phải xác lập độ an toàn, đảm bảo sức khỏe phù hợp với các qui định của quốc gia.

QUAN TRỌNG – Chỉ những nhân viên đã được đào tạo phù hợp mới được tiến hành phép thử theo tiêu chuẩn này.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định tổng hoạt độ phóng xạ alpha trong nước không mặn đối với các hạt nhân (nuclit) phóng xạ alpha không bay hơi ở nhiệt độ 350 °C. Phương pháp này có thể xác định hạt nhân phóng xạ bay hơi và được đo trong khoảng xác định bằng chu kỳ bán rã, duy trì thể mề (của loại dễ bay hơi) và thời gian đo (thời gian đếm).

Phương pháp này có thể áp dụng để phân tích nước thô và nước uống.

Khoảng áp dụng phụ thuộc vào lượng chất lơ lửng trong nước và các tính năng đặc hiệu (tốc độ đếm phóng và hiệu suất đếm) của máy đếm.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6398-9 (ISO 39-1), Khối lượng và đơn vị – Phần 9: Vật lý hạt nhân và nguyên tử.

TCVN 6663-1 (ISO 5667-1), Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn lập chương trình lấy mẫu và kỹ thuật lấy mẫu.

TCVN 5993 (ISO 5667-3), Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu.

TCVN 6663-14 (ISO 5667-14), Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 14: Hướng dẫn đảm bảo chất lượng lấy mẫu và xử lý lấy mẫu nước môi trường.

TCVN ISO/IEC 17025 (ISO/IEC 17025), Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn.

Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML (*Hướng dẫn sự thể hiện của độ không đảm bảo trong phép đo (GUM), BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML*).

3 Ký hiệu, định nghĩa, và đơn vị

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa biểu tượng và chữ viết tắt được qui định trong TCVN 6398-9 (ISO 31-9) cũng như các ký hiệu sau:

V_1	Thể tích của mẫu nước, tính bằng lít
V	Thể tích mẫu thử tương ứng với khối lượng chất rắn trên tấm planchet/khay đếm, tính bằng lít
m	Khối lượng của phần sau nung từ thể tích V , tính bằng miligam
m_r	Khối lượng của cặn còn lại trên mẫu planchet, tính bằng miligam
A	Hoạt độ alpha của nguồn hiệu chuẩn, tính bằng becquerels
c_A	Nồng độ hoạt độ alpha, tính bằng becquerels trên lít
t_0	Thời gian đếm phòng, tính bằng giây
t_x	Thời gian đếm mẫu, tính bằng giây
r_0	Tốc độ đếm phòng, tính bằng nghịch đảo giây
r_g	Tốc độ đếm mẫu tổng, tính bằng nghịch đảo giây
r_s	Tốc độ đếm hiệu chuẩn, tính bằng nghịch đảo giây
ε	Hiệu suất đếm của nguồn hiệu chuẩn qui định
S	Diện tích của tấm planchet, tính bằng milimet vuông
$u(c_A)$	Độ không đảm bảo chuẩn của kết quả đo, tính bằng becquerels trên lít
U	Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng Công thức $U = k \cdot u(a)$ với $k = 1, 2, \dots$, tính bằng becquerels trên lít
c_A^+	Ngưỡng xác định, tính bằng becquerels trên lít
c_A^0	Giới hạn phát hiện, tính bằng becquerels trên lít
$c_A^<, c_A^>$	Giới hạn trên và dưới của khoảng tin cậy, tính bằng becquerels trên lít

4 Nguyên tắc

Tổng hoạt độ phóng xạ alpha được xác định bằng máy đếm tỷ lệ hoặc máy đếm chất nhấp nháy rắn trong nước trên phần cặn còn lại trên tấm planchet. Do sự hấp thụ của phần cặn là rất mạnh, cần cân nhắc đến sự phát xạ alpha từ bề mặt là tương ứng với hoạt độ alpha của phần cặn.

Việc xác định tổng hoạt độ alpha không phải là phép xác định tuyệt đối hàm lượng phóng xạ alpha của mẫu mà là phép xác định tương đối dựa vào một chất phát alpha được dùng để tạo ra nguồn hiệu chuẩn tiêu chuẩn. Kiểu xác định này cũng được biết như là chỉ số alpha.

Mẫu được axit hóa để cho ổn định được làm bay hơi gần như khô, được chuyển sang dạng sunphat và sau đó nung ở 350 °C. Một phần cặn còn lại chuyển sang khay đếm – planchet và tổng hoạt độ phóng xạ alpha được đo bằng cách đếm trong đầu đo (detector) hạt alpha hoặc hệ thống máy đếm đã hiệu chuẩn trước qua chất chuẩn phóng xạ alpha và nồng độ hoạt độ alpha đã tinh.

5 Thuốc thử và thiết bị

5.1 Thuốc thử

Ngoại trừ những dung dịch chuẩn đã được chứng nhận, tất cả các thuốc thử phải đạt cấp độ phân tích đã được công nhận và không chứa bất kỳ hoạt độ alpha có thể đo được.

CHÚ THÍCH Phương pháp chuẩn bị thuốc thử trắng để kiểm tra sự có mặt của hoạt độ phóng xạ hoặc sự nhiễm xạ được nêu trong Điều 7.

5.1.1 Nước, nước cất hoặc nước đã loại ion, dùng cho tất cả các ứng dụng.

5.1.2 Dung dịch chuẩn đã được chứng nhận.

Phòng Thí nghiệm hiệu chuẩn thiết lập liên kết chuẩn đo lường của mình và thiết bị đo với đơn vị đo lường hệ quốc tế (SI) thông qua chuỗi hiệu chuẩn không gián đoạn hoặc so sánh không gián đoạn liên kết với chuẩn đầu phù hợp của đơn vị đo SI. Việc kết nối với đơn vị SI có thể đạt được bằng cách so sánh với chuẩn đo lường quốc gia. Chuẩn đo lường quốc gia có thể là chuẩn sơ cấp, là chuẩn được công nhận của đơn vị SI hoặc đại diện thống nhất của đơn vị SI dựa trên hằng số vật lý cơ bản, hoặc cũng có thể là chuẩn thứ là chuẩn được hiệu chuẩn bằng viện đo lường quốc gia. Nếu sử dụng dịch vụ hiệu chuẩn nội bộ, tính liên kết đo lường cần phải đảm bảo bằng sử dụng dịch vụ hiệu chuẩn của các phòng thí nghiệm mà có thể chứng minh năng lực, khả năng đo và tính liên kết. Chứng chỉ hiệu chuẩn được các phòng thí nghiệm cấp cần phải bao gồm kết quả đo, kể cả độ không đảm bảo đo và/hoặc các công bố về sự phù hợp với các qui định đo lường.

Việc chọn các chất chuẩn alpha sẽ phụ thuộc vào sự hiểu biết các chất phóng xạ dạng giống như loại cần thử nghiệm có trong nước. Nhìn chung, điều này là việc chọn giữa chất phóng xạ alpha tự nhiên và nhân tạo.

Trong các dung dịch chuẩn của các hạt nhân phóng xạ alpha nhân tạo, ^{241}Am và ^{239}Pu thường được sử dụng. Nếu ^{239}Pu được dùng thì sự có mặt của ^{241}Pu tinh khiết cần phải được xem xét vì sẽ dẫn đến việc phát xạ ^{241}Am trong các dung dịch chuẩn đã chuẩn bị của nguồn. Nếu sử dụng ^{241}Am , các chất gây nhiễu tiềm ẩn của phóng xạ gama, hoặc sự xuyên âm alpha-beta cũng cần được tinh đến [xem Tài liệu tham khảo [1]].

CHÚ THÍCH 1 Hợp chất urani có thành phần đồng vị đã biết hoặc thành phần như tự nhiên đã được chứng nhận có một điểm thuận lợi là hoạt độ này của nó có thể tính được từ những hằng số vật lý đã được thiết lập và các dữ liệu về lượng đồng vị có trong hợp chất mà nó không phụ thuộc vào quy trình hiệu chuẩn của một cơ quan cụ thể.

TCVN 6053:2011

CHÚ THÍCH 2 Hơn nữa, do năng lượng bức xạ alpha phát ra từ các đồng vị của urani nhỏ hơn so với năng lượng bức xạ alpha phát ra từ các hạt siêu uran nhân tạo nên việc dùng các mẫu chuẩn urani cho kết quả cao hơn hạt nhân siêu uran. Một số cơ quan nhà nước khuyến nghị tạo các sai sót ở phần cao trong các trường hợp chưa biết thành phần thực.

5.1.3 Axit nitric, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/l}$.

5.1.4 Axit sunfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$, phần khối lượng $(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95 \%$.

5.1.5 Các dung môi hữu cơ bay hơi.

Methanol và axeton.

5.1.6 Axetat vinyl.

5.1.7 Canxi sunfat, CaSO_4 .

Vi muối canxi có thể chứa một lượng vết ^{226}Ra và/hoặc ^{210}Pb , cần kiểm tra sự có mặt của các nhân này.

5.2 Thiết bị

5.2.1 Thiết bị phòng thí nghiệm thông thường.

5.2.2 Máy đếm hạt alpha

Hoạt độ alpha được đếm bằng cách sử dụng ống đếm nhấp nháy sunfua kẽm hoạt hóa bằng bạc, detector silic đo hạt tích điện [detector silic cấy ion hoặc detector chắn bề mặt (SSB)] hoặc máy đếm tỷ lệ dòng khí (không có cửa sổ hoặc có cửa sổ $< 100 \mu\text{g.cm}^{-2}$).

Nếu dùng máy đếm tỷ lệ dòng khí, cần lựa chọn cửa sổ alpha sao cho sự xuyên tâm alpha-beta gần như bằng không.

Nếu sử dụng hệ thống đếm tỷ lệ không của sổ dòng khí, tiến hành kiểm tra thường xuyên khả năng nhiễm xạ của hệ thống đếm bằng cách đếm mẫu trắng.

CHÚ THÍCH Bản chất tự nhiên của mỗi nguồn đếm có thể làm tăng sự nhiễm bẩn nếu thực hiện trong chân không (như trong trường hợp SSB) hoặc hệ thống dòng khí (như đã dùng trong máy đếm tỷ lệ).

5.2.3 Tấm kim loại/planchet, có độ dày ít nhất là $2,5 \text{ mg.mm}^{-2}$ (250 mg.cm^{-2}), chúng được gắn với nhau và làm bằng thép không gỉ;

CHÚ THÍCH 1 Đường kính của tấm kim loại (planchet) sử dụng được xác định theo yêu cầu của máy đếm, tức là đường kính của detector và kích thước vòng kẹp của nguồn.

CHÚ THÍCH 2 Nguồn cần dàn đều và một số người làm việc có thể thực hiện một cách dễ dàng trên bề mặt tấm kim loại nhẵn, trơn, trong khi một số người khác thích dùng khay đã được làm mòn hoặc đã làm nhám (phun cát và làm ăn mòn hóa học được dùng cho mục đích này).

5.2.4 Lò nung mufen, có thể duy trì nhiệt độ ở $(350 \pm 10) ^\circ\text{C}$.

6 Qui trình

6.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu xử lý và bảo quản mẫu nước theo qui định trong TCVN 6663-1:2002 (ISO 5667-1:1980); TCVN 5993:1995 (ISO 5667-3:1985) và TCVN 6663-14:2000 (ISO 5667-14:1998).

Tiến hành lọc ngay sau khi thu thập mẫu và trước khi axit hóa, nếu cần, đo hoạt độ phóng xạ của mẫu nước đã lọc.

CHÚ THÍCH Việc axit hóa mẫu nước sẽ giảm thiểu sự thất thoát vật liệu phóng xạ từ dung dịch gây ra bởi sự hấp thụ. Nếu sự axit hóa được thực hiện trước khi lọc, sẽ giải hấp chất phóng xạ đã được hấp thụ trên từng chất riêng biệt.

6.2 Xử lý sơ bộ

Cần xác định hàm lượng tổng chất rắn trong nước để xác định thể tích nước nhỏ nhất cho phép đo. Xác định mức cho phép thay đổi thành phần do nung ở nhiệt độ 350 °C và sunfat hóa phần cặn còn lại, tính thể tích cần thiết của mẫu để có lượng chất rắn còn lại trên mỗi đơn vị diện tích ở mức nhỏ không vượt quá R như sau:

$$R = \frac{m_r}{S} \geq 0,1 \quad (1)$$

Sử dụng công thức này làm chỉ dẫn cho thể tích của mẫu cần cho giai đoạn làm giàu sau đó.

Các phân tích được tiến hành trong một khu vực mà các vết phóng xạ không được sử dụng.

6.3 Giai đoạn làm giàu

Chuyển vào cốc một thể tích đã đo, V , tính theo lít ($\pm 1\%$), của mẫu được chọn sao cho sau khi nung giá trị R lớn hơn 0,1.

Đối với loại nước rất mềm, có khả năng là thể tích nước cần thiết cho $R > 0,1$ là hết sức lớn. Trong những trường hợp này nên sử dụng thể tích thực tế lớn nhất có thể được hoặc thêm muối canxi.

Làm bay hơi cẩn thận trên bếp nóng đến khi thể tích còn lại khoảng 50 ml và để nguội.

Chuyển dung dịch đã được làm giàu sang đĩa thạch anh (hoặc đĩa sứ trắng men), trước đó đã được nung ở 350 °C. Rửa kỹ cốc đựng với một ít nước cất và chuyển nước rửa sang đĩa.

CHÚ THÍCH Nếu như cốc đựng quá to, chuyển nước rửa sang cốc nhỏ hơn cho thuận tiện. Sau khi nước rửa đã được cô đặc tới một khối lượng thấp hơn để thuận tiện cho việc chuyển sang đĩa thạch anh.

6.4 Giai đoạn sunfat hóa

Phải chắc chắn rằng nước rửa trong đĩa đã nguội và thêm 1 ml ($\pm 20\%$) axit sunfuric (5.1.4).

Một số loại nước khi làm khô và nung có thể tạo ra một lượng tro không thích hợp cho việc đo hoạt độ phóng xạ, vì nó hút ẩm hoặc khó phân tán. Quá trình sunfat hóa là phương thức xử lý thích hợp cho

các mẫu nước như vậy. Thể tích của axit sunfuric (5.1.4) đã chọn có khả năng sunfat hóa khoảng 1,8 mg canxi cacbonat. Để cho lượng axit dư, thể tích ban đầu của mẫu nên chọn sao cho hàm lượng chất rắn tổng số không vượt quá 1 g (thực tế với một số loại nước, bước này không cần thiết).

Làm bay hơi cẩn thận cho đến khối lượng chứa trên đĩa khô hết.

Để tránh bắn mẫu, đun nóng đĩa từ phía trên (từ đèn tia hồng ngoại) và tiếp tục đun cho đến khi bốc khói axit sunfuric. Sau đó chuyển đĩa sang bếp đun và tiếp tục đun đến khi hết khói.

6.5 Giai đoạn nung

Chuyển đĩa chứa các sản phẩm sang lò nung mufen (5.2.4), nung trong 1 h ở nhiệt độ $(350 \pm 10) ^\circ\text{C}$ và để nguội trong bình hút ẩm. Ghi thời gian và ngày chuyển ra khỏi lò.

Cân đĩa và lượng cặn ta thu được độ chênh lệch khối lượng, m , của cặn còn lại đã nung, tính bằng miligam.

6.6 Chuẩn bị nguồn

Cân cặn trên khay đếm để thu được giá trị R lớn hơn 0,1. Nếu tro chưa mịn, thì nghiền bằng cối và chày.

Nếu thể tích, V , được sử dụng ở 6.3 mà thu được giá trị của R nhỏ hơn 0,1, chuyển lượng cặn càng nhiều càng tốt sang khay đếm.

Vi hiệu suất đếm hạt alpha bị ảnh hưởng đáng kể do độ dày nguồn (xem Tài liệu tham khảo [2]), tiếp theo là các nguồn chuẩn của cùng một khối lượng, m_r , cần để hiệu chỉnh hệ thống phát hiện hoặc lặp lại qui trình bằng việc thêm muối canxi vào mẫu nước nhằm đạt tới cùng khối lượng như của nguồn chuẩn dùng hiệu chuẩn.

Dàn đều cặn trên tấm kim loại tròn bằng cách cho thêm vài giọt dung môi hữu cơ bay hơi (5.1.5) và làm khô tới khối lượng không đổi. Ghi thời gian và ngày chuẩn bị nguồn và kiểm tra để đảm bảo rằng cặn còn lại không bị mất đi.

Vi hiệu suất đếm hạt alpha bị ảnh hưởng đáng kể do độ dày nguồn, do vậy cần phải dàn đều nguồn đếm. Có thể thêm Polyvinyl axetat (PVA) (5.1.6) vào dung môi [ví dụ, 1 g PVA hòa tan trong 100 ml (+ 5 %) dung môi] để tạo ra sự kết dính nguồn khi làm khô.

6.7 Đo

Đặt chế độ của máy đếm (5.2.2) theo bán hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất.

Ngay sau khi làm khô nguồn, bắt đầu tiến hành đo độ phóng xạ trên khay đếm (5.2.3) trong khoảng thời gian thích hợp. Ghi thời gian, thời gian đếm và ngày đếm.

Thời gian đếm phụ thuộc vào tốc độ đếm của mẫu, tốc độ đếm của phòng, và cũng phụ thuộc vào giới hạn phát hiện và ngưỡng quyết định yêu cầu.

CHÚ THÍCH Việc đếm lại qua chu kỳ một tháng có thể phát hiện ra các nhân phóng xạ con cháu từ các radi đồng vị. Sự xuất hiện các dãy urani và/hoặc thori nhân phóng xạ hỗn hợp hoặc riêng biệt hoặc với một chất trội hơn có thể gây rắc rối cho việc diễn giải các số liệu như vậy. Ở mức môi trường bình thường, các hiện tượng này hiếm khi xuất hiện, đặc biệt khi các quá trình đếm dài. Tuy nhiên, sau một chu kỳ một tháng các nguồn nước thô có ^{226}Ra tự nhiên cao có thể cho thấy một mức phát triển gấp bốn lần so với số đếm ban đầu.

6.8 Xác định phòng

Đo hoạt độ phóng xạ phòng bằng cách sử dụng khay đếm sạch (5.2.3). Các kết quả đếm lặp lại sẽ xác nhận sự ổn định của phòng.

6.9 Chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn

Cân chính xác khoảng 2,5 g canxi sunfat (5.1.7) vào cốc dung tích 150 ml. Thêm cẩn thận 10 ml ($\pm 1\%$) axit nitric nóng (5.1.3), khuấy và thêm nước nóng (5.1.1) đến 100 ml.

Thêm một lượng chính xác đã biết (khoảng 5 Bq tới 10 Bq) của chất chuẩn thích hợp.

Chuyển dung dịch vào đĩa thạch anh hoặc đĩa sứ 200 ml (trước đó đã nung ở nhiệt độ 350 °C), cân chính xác đến $\pm 0,001$ g, và nung dung dịch đến khô bằng đèn tia hồng ngoại.

Nung phần cặn đã khô trong lò múp (5.2.4) ở nhiệt độ (350 ± 10) °C trong 1 h.

Tính hoạt độ phóng xạ của mỗi đơn vị khối lượng của CaSO_4 , tính theo Bq.g^{-1} , dùng khối lượng của cặn đã nung và lượng hoạt độ đã thêm vào của chất chuẩn đã chọn (^{241}Am , ^{239}Pu hoặc U của thành phần đồng vị tự nhiên).

Nghiền chất rắn thành bột mịn (nếu cần thiết dùng chày và cối giã), theo đúng cách như đã dùng để chuẩn bị mẫu.

CẢNH BÁO – Quy trình này yêu cầu việc chuẩn bị bột khô đã thêm chuẩn có chứa nhân phóng xạ alpha. Cần phải tránh sự hấp thụ ngẫu nhiên của hạt phóng xạ và sử dụng tủ kín chuyên dùng để chuẩn bị nguồn đã thêm chuẩn. Cũng có thể sử dụng tủ hút trong phòng thí nghiệm với điều kiện khi thoát ra không quá mức và không có khả năng xáo trộn hoặc gây nên sự khuếch tán các hạt bột mịn trong không khí.

Chuẩn bị khay đếm (5.2.3) nguồn theo cách đã qui định cho mẫu.

Đo các nguồn hiệu chuẩn trong máy đếm alpha (5.2.2).

6.10 Độ nhạy và độ chệch

Độ nhạy và độ chệch phụ thuộc vào lượng chất vô cơ có trong nước, các đặc tính của detector và các nhân phóng xạ có mặt.

Vì kết quả sẽ được thể hiện như đại lượng tương đương với chất chuẩn hiệu chuẩn đã chọn, nên việc chọn chất chuẩn cần được tiến hành cẩn thận để độ chệch là nhỏ nhất. Số liệu về hiệu suất đếm thu

được bằng detector của ống nhấp-nháy sunfua kẽm hoạt hóa-bằng bạc của một vài nhân phóng xạ cần được báo cáo như ví dụ trong Bảng 1.

Bảng 1 – Ví dụ về số liệu hiệu suất đếm

Hạt nhân phóng xạ		Năng lượng tối đa trên mỗi mức phân rã MeV	Hiệu suất đếm ^{a,b} %
²⁵² Cf		6,1	13,0
²⁴¹ Am		5,5	11,0
²³⁹ Pu		5,1	7,1
U (Thành phần đồng vị tự nhiên)	²³⁸ U	4,2	6,4
	²³⁴ U	4,8	
	²³⁵ U	4,4	
^a Hiệu suất đếm thay đổi tùy thuộc nhân phóng xạ có trong cặn còn lại, quá trình chuẩn bị mẫu và detector đã sử dụng. ^b Độ nhạy và độ chệch thu được khi sử dụng chất chuẩn phóng xạ khác nhau được nêu trong bảng này với hiệu suất đếm đối với một nguồn có kích thước như nhau sẽ tăng theo năng lượng hạt-alpha			

6.11 Tối ưu hóa việc xác định

Vì các hạt phóng xạ alpha bị hấp thụ bởi vật chất, nên cần phải tối ưu hóa độ dày của nguồn; trong phương pháp này, độ dày cần phải $> 0,1 \text{ mg.mm}^{-2}$ (10 mg.cm^{-2}).

Thậm chí khi sử dụng độ dày cố định, vẫn cần phải tạo nguồn mẫu và nguồn chuẩn càng giống nhau càng tốt, tức là về tỷ trọng của nguyên liệu và sự phân bố của chất phóng xạ.

7 Kiểm tra sự nhiễm bẩn phóng xạ

7.1 Khái quát

Kiểm tra sự nhiễm xạ của các thuốc thử cách làm bay hơi các thể tích của thuốc thử đã được sử dụng trong quá trình phân tích trên các khay đếm riêng biệt (5.2.3). Kiểm tra sự nhiễm xạ của toàn bộ hệ thống bằng $1 \pm 10 \text{ ml}$ nước cất (5.1.1) đã axit hóa với 20 ml axit nitrit (5.1.3), thêm vào đó $0,1 \pm 1 \text{ mg}$ silica gen dùng cho sắc ký, và đo hoạt độ phóng xạ. Hoạt độ phóng xạ này phải tương đương với hoạt độ phóng xạ của $0,1 \pm 1 \text{ mg}$ silica gen trực tiếp trên khay đếm (5.2.3). Phải đảm bảo rằng hoạt độ phóng xạ là không khác biệt đáng kể so với mẫu silica gen đã xử lý.

Nếu độ phóng xạ là khác biệt đáng kể, lựa chọn thuốc thử có hoạt độ phóng xạ thấp hơn, hoặc đưa bước xác định mẫu trắng trong quy trình chính, dùng quy trình để kiểm tra sự nhiễm bẩn phóng xạ của toàn bộ hệ thống được nêu ở phần trên của mục này.

7.2 Sự thất thoát các đồng vị Radon

Một số nhân phóng xạ bị mất đi do bay hơi khi sử dụng phương pháp này. Đồng vị ^{222}Rn trong dãy urani có thể bị mất đi trong suốt quá trình. Khi có mặt ^{226}Ra , ^{222}Rn và các con cháu của phóng xạ alpha và beta của chúng sinh ra làm tăng nguồn đếm. Những hiệu ứng tương tự cũng xảy ra đối với các nhân phóng xạ trong chuỗi ^{232}Th .

7.3 Sự thất thoát Poloni

Một số đồng vị của Poloni phát xạ alpha mà xuất hiện tự nhiên như các thành viên của sự phân rã dãy Urani và Thori có thể bao gồm một phần đặc biệt của tổng hoạt độ alpha của các loại nước khác. Nguyên tố và một số hợp chất của chúng, đặc biệt là Halogenua mà thăng hoa ở nhiệt độ tương đối thấp có thể bay hơi (ví dụ, xem Tài liệu tham khảo [3] và [4]). Các nitrat và sunfat bền ở nhiệt độ ít nhất từ 400 °C đến 500 °C, và sự thất thoát Poloni vì thế mà không hy vọng sẽ xảy ra với mẫu đã axit hóa bằng axit nitric và được sunfat hóa.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hoạt độ phóng xạ

Hoạt độ phóng xạ mẫu c_A , của mẫu nước, tính bằng becquerels trên lít, tính theo Công thức (2):

$$c_A = (r_g - r_0) / V \cdot \varepsilon = (r_g - r_0) \cdot w \quad \text{với } w = 1 / V \cdot \varepsilon \quad (2)$$

Hiệu suất đếm được tính theo Công thức (3):

$$\varepsilon = \frac{r_g - r_0}{A} \cdot 1000 \quad (3)$$

Và Công thức (4):

$$V = \frac{V_s \cdot m_s}{m} \quad (4)$$

8.2 Độ không đảm bảo đo chuẩn

Vì đã qui định trong GUM (xem ISO 11929), độ không đảm bảo đo kết hợp c_A được tính bằng Công thức (1) bằng:

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c_A^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot (r_g / t_g + r_0 / t_0) + c_A^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (5)$$

Nếu độ không đảm bảo đo chuẩn của thời gian đếm có thể bỏ qua, thì độ không đảm bảo đo chuẩn tương đối của w được tính theo Công thức (6):

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) + u_{\text{rel}}^2(V) \quad (6)$$

độ không đảm bảo tương đối của ε được tính theo Công thức (7):

$$u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) = u_{\text{rel}}^2(r_s - r_0) + u_{\text{rel}}^2(A) = (r_s/t_s + r_0/t_0)/(A \cdot \varepsilon)^2 + u_{\text{rel}}^2(A) \quad (7)$$

Trong đó $u_{\text{rel}}^2(A)$ bao gồm tất cả độ không đảm bảo đo có liên quan đến hoạt độ nguồn hiệu chuẩn: chứng nhận hiệu chuẩn, chuẩn bị dung dịch chuẩn và thêm chuẩn vào nguồn hiệu chuẩn.

Độ không đảm bảo đo chuẩn tương đối của V được tính theo Công thức (8):

$$u_{\text{rel}}^2(V) = u_{\text{rel}}^2(V_1) + u_{\text{rel}}^2(A) + u_{\text{rel}}^2(m) \quad (8)$$

Để tính các giới hạn đặc trưng (xem ISO 11929), cần tính $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$, tức là độ không đảm bảo đo chuẩn kết hợp của c_A như là một hàm số của giá trị thực \tilde{c}_A được tính theo Công thức (9):

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \cdot [(\tilde{c}_A/w + r_0)/t_B + r_0/t_0]} + \tilde{c}_A^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w) \quad (9)$$

8.3 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định, c_A^* , thu được từ Công thức (9), đối với $\tilde{c}_A = 0$ (xem ISO 11929). Ngưỡng này được tính:

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{r_0/t_B + r_0/t_0} \quad (10)$$

c_A^* được tính bằng becquerels trên lít.

$\alpha = 0,05$ với $k_{1-\alpha} = 1,65$ thường được chọn theo mặc định.

8.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện, $c_A^{\#}$, được tính theo Công thức (11) (xem ISO 11929):

$$c_A^{\#} = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(c_A^*) = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \cdot [(c_A^*/w + r_0)/t_B + r_0/t_0]} + c_A^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w) \quad (11)$$

$c_A^{\#}$ được tính bằng becquerels trên lít.

$\alpha = \beta = 0,05$ với $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = 1,65$ được chọn theo mặc định.

Giới hạn phát hiện có thể được tính bằng cách giải Công thức (11) đối với $c_A^{\#}$ hoặc, đơn giản hơn, bằng cách lặp lại với phép tính xấp xỉ $c_A^{\#} = 2 \cdot c_A^*$

Khi lấy $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$, giải Công thức (11) có thể bằng Công thức (12):

$$c_A^{\#} = \frac{2 \cdot c_A^* + (k^2 \cdot w)/t_B}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (12)$$

8.5 Giới hạn khoảng-tin cậy

Giới hạn dưới $c_A^<$ và trên $c_A^>$ của khoảng tin cậy được tính theo Công thức (13) và (14) (xem ISO 11292):

$$c_A^< = c_A - k_p \cdot u(c_A) ; p = \omega \cdot (1 - \gamma / 2) \quad (13)$$

$$c_A^> = c_A + k_q \cdot u(c_A) ; q = 1 - \omega \cdot \gamma / 2 \quad (14)$$

Trong đó

$\omega = \phi[y/u(y)]$, ϕ là hàm phân bố của phân bố chuẩn,

$1 - \gamma$ xác suất cho khoảng tin cậy của giá trị đo.

Có thể lấy $\omega = 1$ nếu $c_A \geq 4 \cdot u(c_A)$. Trong trường hợp này:

$$c_A^<, c_A^> = c_A \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(c_A) \quad (15)$$

$\gamma = 0,05$ và $k_{1-\gamma/2} = 1.96$ thường được chọn theo mặc định.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải tuân theo các qui định của TCVN ISO/IEC 17025 (ISO/IEC 17025). Báo cáo thử phải bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Nhận dạng mẫu;
- Các đơn vị trong kết quả thể hiện;
- Kết quả thử, $c_A \pm u(c_A)$ hoặc $c_A \pm U$, với giá trị k có liên quan.

Có thể đưa ra các thông tin bổ sung như:

- Xác suất, α, β và $(1 - \gamma)$;
- Ngưỡng quyết định và giới hạn phát hiện;
- Tùy thuộc vào yêu cầu của khách hàng, có những cách khác nhau để thể hiện kết quả:
 - Nếu hoạt độ phóng xạ, c_A , được so sánh với ngưỡng quyết định (xem ISO 11292) thì kết quả của phép đo cần phải thể hiện là $\leq c_A^*$ nếu kết quả thấp hơn ngưỡng quyết định;
 - Nếu hoạt độ phóng xạ, c_A , được so sánh với ngưỡng quyết định, kết quả của phép đo cần phải thể hiện $\leq c_A^{\#}$ nếu kết quả thấp hơn giới hạn phát hiện. Nếu giới hạn phát hiện vượt quá giá trị hướng dẫn, thì phải lập thành tài liệu về phương pháp đo không phù hợp với mục đích của phép đo.
- Tất cả các thông tin liên quan có thể ảnh hưởng đến kết quả.

- Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử (*Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*)
- [2] ISO 11929, *Determination of the detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements*¹⁾
- [3] ISO/IEC Guide 99, *International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM)*
- [4] SEMKOW, T.M. and PAREKH, P.P. Principles of gross alpha and beta radioactivity detection in water. *Health Physics*, **81**, 2001, pp. 567-574
- [5] SEMKOW, T.M., BARI, A., PAREKH, P.P., HAINES, GAO, H., BOLDEN, A.N., DAHMS, K.S., SCARPITT, S.C., THERN, R.E., VELAZQUEZ, S. Experimental investigation of mass efficiency curve for alpha radioactivity counting using a gas-proportional detector, *Applied Radiation and Isotopes*, **60**, 2004, pp. 879-886
- [6] BAGNALL, K.W. *Chemistry of the radio elements* (1957), Butterworth Scientific Publ., pp. 39, 64 et seq. 77 et seq.
- [7] EAKINS, J.D. and MORRISON, R.T. *Int. J. of Appl. Rad and Isot*, **29**, 1978, pp. 531-536

¹⁾ Chuẩn bị. [Xoát sêc sửa đổi ISO 11929:2005 (tất cả các phần)]