

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**



**TCVN 6219:2011  
ISO 9697:2008**



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

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

HÀ NỘI – 2011



**Lời nói đầu**

**TCVN 6219:2011** thay thế TCVN 6219:1995

**TCVN 6219:2011** hoàn toàn tương đương ISO 9697:2008

**TCVN 6219:2011** 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.

11  
10  
9  
8  
7  
6  
5  
4  
3  
2  
1

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

*Water quality – Measurement of gross beta 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 về sức khỏe và phù hợp với các quy định của quốc gia.

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

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hoạt độ phóng xạ beta trong nước không mặn. Phương pháp này cũng xác định hạt nhân phóng xạ beta không bay hơi có năng lượng beta > 0,3 MeV. Đo các chất bức xạ beta có năng lượng rất thấp như  $^3\text{H}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{35}\text{S}$ , và  $^{241}\text{Pu}$  không thuộc phạm vi của tiêu chuẩn này.

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

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với những tài liệu viện dẫn có ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với những 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 4851 (ISO 3696), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

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

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

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 6053 (ISO 9696), Chất lượng nước - Đo tổng độ phóng xạ alpha trong nước không mặn – Phương pháp nguồn dày.

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

ISO 80000-10, Quantities and units – Part 10: Atomic and nuclear physics<sup>1)</sup> (ISO 80000-10 – Phần 10: Số lượng và đơn vị – Phần 10: Vật lý hạt nhân và nguyên tử).

### 3 Ký hiệu, định nghĩa, và đơn vị

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

$A$	Hoạt độ beta của nguồn hiệu chuẩn, tính bằng becquerels
$c_{\beta}$	Nồng độ hoạt độ beta, tính bằng becquerels trên lít
$c_{\beta}^*$	Ngưỡng quyết định, tính bằng becquerels trên lít
$c_A^{\#}$	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
$m$	Khối lượng của cặn sau khi nung từ thể tích $V$ , tính bằng miligam
$m_r$	Khối lượng của cặn còn lại trên mẫu planchet, tính bằng miligam
$r_0$	Tốc độ đếm phóng, tính bằng nghịch đảo giây
$r_{0\alpha}$	Tốc độ đếm phóng từ cửa sổ alpha, tính bằng nghịch đảo giây
$r_B$	Tốc độ đếm mẫu tổng, tính bằng nghịch đảo giây
$r_{g\alpha}$	Tốc độ đếm tổng từ nguồn hiệu chuẩn alpha, tính bằng nghịch đảo giây
$r_s$	Tốc độ đếm hiệu chuẩn, tính bằng nghịch đảo giây
$r_{s\alpha}$	Tốc độ đếm hiệu chuẩn từ nguồn hiệu chuẩn alpha, tính bằng nghịch đảo giây
$S$	Diện tích của tấm planchet, tính bằng milimet vuông
$t_0$	Thời gian đếm phóng, tính bằng giây
$t_g$	Thời gian đếm mẫu, tính bằng giây
$u(c_A)$	Độ không tin cậy chuẩn của kết quả đo, tính bằng becquerels trên lít
$U$	Độ không tin cậy mở rộng được tính bằng Công thức $U = ku(c_{\beta})$ với $k = 1, 2, \dots$ tính bằng becquerels trên lít
$V$	Thể tích mẫu thử tương ứng với khối lượng chất rắn trên tấm planchet/khay đếm, tính bằng lít
$V_t$	Thể tích của mẫu nước, tính bằng lít
$\epsilon$	Hiệu suất đếm đối với nguồn hiệu chuẩn qui định
$\chi$	Sự xuyên âm alpha-beta, phần trăm của số đếm alpha sẽ đi vào cửa sổ beta từ nguồn hiệu chuẩn alpha.

<sup>1)</sup> Thay thế ISO 31-9

## 4 Nguyên tắc

Việc xác định tổng hoạt độ beta không phải là phép xác định tuyệt đối hoạt độ phóng xạ beta của tất cả các hạt nhân phóng xạ phát xạ beta trong mẫu nước, mà là phép xác định tương đối dựa vào chất bức xạ đặc trưng cấu tạo nên nguồn chuẩn hiệu chuẩn. Dạng xác định này được biết như chỉ số Beta.

Các mẫu, được lấy, xử lý và lưu giữ như qui định trong TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) và TCVN 5993 (ISO 5667-3), được làm bay hơi đến gần như khô, chuyển sang dạng sunphat và sau đó được nung ở nhiệt độ 350°C. Một phần cặn còn lại chuyển sang khay đếm - planchet và hoạt độ beta được đo trên máy đếm phù hợp đã được hiệu chuẩn với chuẩn hiệu chuẩn beta phù hợp như kali-40 (40K) hoặc stronti-90-ytri-90 (90Sr + 90Y).

Nếu các yêu cầu đo đồng thời tổng hoạt độ alpha và beta trong cùng mẫu nước, thì qui trình được qui định trong tiêu chuẩn này dùng chung với TCVN 6053:2010 (ISO 9696:2007), và có thể đo được nguồn mẫu tới 10 mg/cm<sup>2</sup>.

## 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 được cấp độ phân tích đã được công nhận và không chứa hoạt độ phóng xạ beta có thể phát hiện.

**CHÚ THÍCH** Phương pháp chuẩn bị thuốc thử trắng để kiểm tra sự có mặt của phóng xạ hoặc chất nhiễm bẩn được đưa ra trong Điều 7.

**5.1.1 Nước**, áp dụng theo TCVN 4851 (ISO 3696), Điều 3.

**5.1.2 Dung dịch chuẩn đã được chứng nhận.** Phòng Thí nghiệm hiệu chuẩn thiết lập tinh liên kết chuẩn đo lường của mình và thiết bị đo với đơn vị đo hệ quốc tế thông qua chuỗi hiệu chuẩn không gián đoạn hoặc chuỗi 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 cấp được hiệu chuẩn bằng viện đo lường quốc gia. Nếu sử dụng dịch vụ hiệu chuẩn nội bộ, tinh 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 tinh liên kết. Chứng chỉ hiệu chuẩn được các phòng thí nghiệm cấp phải bao gồm kết quả đo, kể cả độ không đảm bảo đo và/hoặc các tuyên bố về sự phù hợp với các qui định đo lường.

**CHÚ THÍCH** Hoạt độ beta của <sup>40</sup>K có trong kali tự nhiên là 27,4 Bq/g và do vậy, trong kali clorua, là 14,4/1 000 Bq/mg

**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  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95 \%$ .

**5.1.5 Các dung môi hữu cơ bay hơi**, methanol và axeton.

### 5.1.6 Canxi sunfat, $\text{CaSO}_4$ .

**CHÚ Ý** – Vì muối canxi có thể chứa lượng vết  $^{226}\text{Ra}$  và/hoặc  $^{210}\text{Pb}$ , cần kiểm tra sự có mặt của các nhân phóng xạ này.

## 5.2 Thiết bị

Các thiết bị thí nghiệm thông thường và, cụ thể như sau.

**5.2.1 Máy đếm beta**, thích hợp là loại tỷ lệ dòng khí, có kết hợp với detector nhấp nháy bằng nhựa hoặc detector silic ghi hạt tích điện [ống phóng xạ silic hai chiều thụ động]

Khi sử dụng máy đếm tỷ lệ dòng khí, cần lựa chọn cửa sổ beta có độ xuyên âm alpha-beta gần bằng không và có tính đến sự xuyên âm alpha-beta. Nếu sử dụng thiết bị không phải máy đếm tỷ lệ dòng khí, thì sự xuyên âm có thể được bỏ qua.

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

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

**5.2.2 Khay đếm, planchet**, có độ dày bề mặt ít nhất là  $2,5 \text{ mg/mm}^2$  ( $250 \text{ mg/cm}^2$ ), được làm bằng thép không rỉ và gấp cạnh.

Đường kính của khay đếm được dùng phải theo yêu cầu của máy đếm, tức là đường kính của detector kích thước của giá đỡ nguồn.

**CHÚ THÍCH** Nguồn cần được dàn đều và một số người thấy dễ dàng làm đều trên bề mặt kim loại nhẵn trơn, trong khi người khác thích dùng khay đếm được làm mòn hoặc đã làm cho bề mặt nhám (phun cát hoặc ăn mòn hóa học được áp dụng cho mục đích này).

**5.2.3 Lò nung mufen**, có thể giữ nhiệt độ ở  $(350 \pm 10) ^\circ\text{C}$ .

## 6 Quy trình

### 6.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu thủ công và bảo quản mẫu nước theo TCVN 6663-1 (ISO 5667-1); TCVN 5993 (ISO 5667-3) và TCVN 6663-14 (ISO 5667-14).

Tiến hành lọc ngay sau khi thu thập mẫu và trước khi axit hóa, nếu cần, đo 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 phụ trên chất dạng hạt.



## 6.2 Xử lý sơ bộ

Xác định hàm lượng tổng chất rắn trong nước có thể được thực hiện để xác định thể tích nhỏ nhất của nước cần thiết cho phép đo. Cho phép thay đổi thành phần do nung ở nhiệt độ 350 °C và sunfat hóa tro, 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  $\rho_s$  cho bởi:

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

Trong đó:

$m_r$  là khối lượng của phần cặn đã đặt của mẫu trên khay đếm planchet, tính bằng miligam;

$S$  là diện tích của khay đếm planchet, tính bằng milimet vuông.

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

## 6.3 Giai đoạn làm giàu

Chuyển vào cốc một thể tích,  $V$ , tính theo lít ( $\pm 1\%$ ), của mẫu được chọn sao cho sau khi nung giá trị  $\rho_s$  nhỏ nhất là 0,1.

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

Cô đặc cẩn thận trên bếp nóng đến khi thể tích còn lại khoảng 50 ml và để nguội.

Chuyển dung dịch đã cô đặc sang đĩa thạch anh (hoặc đĩa sứ trắng men), trước đó đã được nung ở 350 °C. Rửa kỹ cốc đựng với lượng nước ít nhất có thể (5.1.1) 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 làm khô tới một khối lượng thấp hơn để thuận tiện cho việc chuyển sang đĩa thạch anh.

## 6.4 Giai đoạn sunfat hóa

Một số loại nước khi làm khô và nung sẽ tạo ra một lượng tro không thích hợp cho việc đo 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.

Phải chắc chắn rằng nước rửa trong đĩa đã nguội và thêm  $(1 \pm 0,2)$  ml axit sunfuric (5.1.4).

Thể tích của axit sunfuric đã chọn có khả năng sunfat hóa khoảng 1,8 g 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).

Cô cẩn thận bay hơi cho đến khối lượng chứa trên đĩa.

Để tránh bắn mẫu, đun nóng đĩa từ phía trên (sử dụng đèn 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 múp (5.2.3), nung trong 1 h ở nhiệt độ  $(350 \pm 10)$  °C và để nguội tới nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

Cân đĩa và tro ta thu được độ chênh lệch khối lượng,  $m$ , của tro, tính bằng miligam.

### 6.6 Chuẩn bị nguồn

Nghiền mịn tro và chuyển khối lượng tro yêu cầu vào khay đếm. Nếu tro vẫn không mịn thì nghiền nó bằng cối và chày. Khối lượng này là  $m_1$ .

Nếu thể tích thực,  $V$ , đã sử dụng trong 6.3 tạo ra được giá trị  $\rho_s$  thấp hơn 0,1, chuyển càng nhiều càng tốt phần này sang khay đếm.

Dàn đều phần còn lại trên khay đếm với ít giọt dung môi hữu cơ bay hơi (5.1.5) và làm cho 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.

Qua hiệu suất đếm hạt beta không bị ảnh hưởng đáng kể do độ dày nguồn (xem Tài liệu tham khảo [4]), để hiệu chuẩn hệ thống phát hiện, hoặc sử dụng các nguồn chuẩn có cùng khối lượng,  $m_r$ , hoặc lặp lại qui trình bằng việc thêm muối canxi vào mẫu nước nhằm đạt tới cùng khối lượng như chuẩn hiệu chỉnh.

Để tạo ra các nguồn đếm được dàn đều, có thể thêm vinyl axetat vào dung môi để tạo ra sự kết dính nguồn khi làm khô.

### 6.7 Đo

Vận hành máy đếm (5.2.1) theo bản 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 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 và 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 sự phát triển bên trong của các nhân phóng xạ con cháu từ các đồng vị phóng xạ có nguồn gốc tự nhiên. Vì thế việc diễn giải các số liệu đếm có thể rất phức tạp, mặc dù, ở mức môi trường bình thường, các hiện tượng này hiếm khi xuất hiện, đặc biệt với thời gian đếm dài.

### 6.8 Xác định phòng

Đo độ phóng xạ phòng bằng cách sử dụng khay đếm đặc biệt sạch. Giả sử tốc độ đếm đo được là  $r_0$ . Việc đếm lặp lại sẽ khẳng định độ ổn định của phòng.

### 6.9 Chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn

Cân chính xác khoảng 2,5 g canxi sunfat vào cốc dung tích 150 ml. Thêm cẩn thận ( $10 \pm 0,1$ ) ml axit nitrit 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  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), 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 (5.2.3) ở nhiệt độ ( $350 \pm 10$ )  $^{\circ}\text{C}$  trong 1 h.

Tính hoạt độ phóng xạ của mỗi đơn vị khối lượng, tính bằng becquerels trên gam, của  $\text{CaSO}_4$  (5.1.6) dùng khối lượng của cặn đã nung và lượng hoạt độ đã thêm vào của chất chuẩn đã chọn.

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

Nếu sử dụng máy đếm tỷ lệ dòng khí, thì nguồn hiệu chuẩn alpha phải được chuẩn bị theo cách giống như đối với nguồn hiệu chuẩn beta với lượng đã biết (khoảng 5 Bq tới 10 Bq) của chất chuẩn thích hợp.

**CẢNH BÁO – Để xác định tốc độ phân loại alpha trong của số beta, qui trình này yêu cầu việc chuẩn bị bột khô đã thêm chuẩn có chứa nhân phóng xạ beta và alpha. Cần phải tránh sự hấp thụ ngẫu nhiên của hạt phóng xạ và sử dụng tủ kín chuyên dùng cho mẫu được dùng để chuẩn bị nguồn đã thêm chuẩn. Cách khác có thể sử dụng tủ hút khói trong phòng thí nghiệm miễn là không bị thông gió quá mức và có khả năng làm xáo trộn hoặc gây nên sự khuếch tán các hạt bột mịn trong không khí.**

Chuẩn bị khay đếm nguồn hiệu chuẩn theo cách đã qui định cho mẫu.

Đo các nguồn hiệu chuẩn trong detector beta.

### 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 của phép đo 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.

### 6.11 Tối ưu hóa việc xác định

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

## 7 Kiểm tra nguồn

### 7.1 Kiểm tra sự nhiễm xạ

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. Kiểm tra sự nhiễm xạ của toàn bộ hệ thống đo bằng (1 000 ± 10) ml nước (5.1.1) đã axit hóa với 20 ml axit nitrit (5.1.3), thêm vào đó (0,1 ρ<sub>S</sub> S ± 1) 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 ρ<sub>S</sub> S mg silica gen trực tiếp trên khay đếm. Phải đảm bảo rằng độ phóng xạ là không khác biệt đáng kể so với mẫu silica gen đã tiến hành.

Nếu độ phóng xạ là khác biệt đáng kể, lựa chọn thuốc thử có hoạt độ phóng xạ thấp hơn, hoặc kể cả phép có xác định trắng trong qui trình chính theo các bước đã yêu cầu cho sự chuẩn bị mẫu.

### 7.2 Khả năng thoát của các đồng vị radon

Một số nhân phóng xạ bị mất đi do bay hơi khi sử dụng phương pháp này. Đồng vị <sup>222</sup>Rn trong dãy urani có thể bị mất đi trong suốt quá trình xử lý. Khi có mặt <sup>226</sup>Ra, <sup>222</sup>Rn và các con cháu của phóng xạ alpha và beta của chúng sẽ liên tục gia tăng trong nguồn đếm. Những hiệu quả tương tự cũng xảy ra đối với nhân phóng xạ trong dãy <sup>232</sup>Th.

## 8 Tính toán kết quả

### 8.1 Tính nồng độ phóng xạ

Khi sử dụng máy đếm có tỷ lệ dòng khí, hoạt độ phóng xạ beta tổng cộng của mẫu,  $c_A$ , tính bằng becquerels trên lít, của mẫu nước được tính bằng Công thức (2):

$$c_A = \frac{r_g - r_0 - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})}{V\varepsilon} = [r_g - r_0 - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})]w \quad (2)$$

Trong đó  $V$  là thể tích của mẫu thử tương đương với khối lượng của phần rắn trên khay đếm, tính theo lít, tính như sau:

$$V = \frac{V_1}{m} m_r$$

$$w = 1/V\varepsilon$$

Hiệu suất đếm,  $\varepsilon$ , được tính bằng Công thức (3):

$$\varepsilon = \frac{r_s - r_0}{A} \quad (3)$$

Nếu cần, hệ số hiệu chỉnh xuyên âm alpha-beta,  $\chi$ , có thể được tính bằng Công thức (4):

$$\chi = \frac{r_{su \rightarrow \beta}}{r_{su}} \quad (4)$$

Trong đó  $r_{su \rightarrow \beta}$  là tốc độ đếm trong của số beta khi đo nguồn hiệu chuẩn alpha.

Nếu không sử dụng máy đếm tỷ lệ dòng khí, thì sự xuyên âm alpha-beta có thể được bỏ qua và  $\chi = 0$ .

## 8.2 Độ không đảm bảo chuẩn

Theo qui định trong ISO/IEC Guide 98-3<sup>[1]</sup> (xem ISO 11929<sup>[1]</sup>), độ không đảm bảo chuẩn của  $c_A$  được tính từ Công thức (2):

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 \left[ \left( \frac{r_B}{t_B} + \frac{r_0}{t_0} \right) + T(\chi) \right] + c_A^2 u_{rel}^2(w)} \quad (5)$$

Với

$$T(\chi) = (r_{ga} - r_{0a})^2 u^2(\chi) + \chi^2 \left( \frac{r_{0a}}{t_B} + \frac{r_{0a}}{t_0} \right) \quad (6)$$

Nếu độ không đảm bảo của thời gian đếm có thể bỏ qua thì độ không đảm bảo chuẩn tương đối của  $w$  được tính theo Công thức (7):

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(\varepsilon) + u_{rel}^2(V) \quad (7)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối của  $\varepsilon$  được tính bằng Công thức (8):

$$u_{rel}^2(\varepsilon) = u_{rel}^2(r_s - r_0) + u_{rel}^2(A) = \frac{(r_s/t_s + r_0/t_0)}{(r_s - r_0)} + u_{rel}^2(A) \quad (8)$$

Và độ không đảm bảo chuẩn tương đối của  $\chi$  được tính bằng Công thức (9):

$$u(\chi) = \sqrt{\frac{\chi(\chi+1)}{(r_{sa} t_{su})}} \quad (9)$$

Để tính toán các giới hạn đặc trưng theo ISO 11929<sup>[1]</sup>, cần tính  $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$ , tức là độ không đảm bảo chuẩn của  $c_A$  như là một hàm số của giá trị thực, được tính theo Công thức (10):

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \left\{ \frac{\tilde{c}_A/w + \chi(r_{ga} - r_{0a}) + r_0}{t_B} + \frac{r_0}{r_0} + T(\chi) \right\} + \tilde{c}_A^2 u_{rel}^2(w)} \quad (10)$$

Nếu không sử dụng máy đếm tỷ lệ dòng khí, thì sự xuyên âm alpha-beta có thể được bỏ qua và  $\chi = 0$ .

### 8.3 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định,  $c_A^*$ , có được từ Công thức (11), đối với  $\tilde{c}_A = 0$  (xem ISO 11292<sup>[1]</sup>). Ngưỡng này được tính từ:

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w \sqrt{\frac{\left[ \chi \left( \frac{r_{g\alpha} - r_{0\alpha}}{t_g} \right) + r_0 \right] + \frac{r_0}{t_0} + T(\chi)}{t_g}} \quad (11)$$

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

Nếu không sử dụng máy đếm tỷ lệ dòng khí, thì sự xuyên âm alpha-beta có thể được bỏ qua và  $\chi = 0$ .

### 8.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện,  $c_A^\#$ , được tính theo Công thức (12) (xem ISO 11292):

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_A^\#) = c_A^* + k_{1-\beta} w \sqrt{\left\{ \left[ \frac{(c_A^\# / w) + \chi \left( \frac{r_{g\alpha} - r_{0\alpha}}{t_g} \right) + r_0}{t_g} \right] + T(\chi) \right\} + c_{rel}^{\#2} u_{rel}^2(w)} \quad (12)$$

$\alpha = \beta = 0,05$  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 Phương trình (12) 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  $\alpha = \beta$  thì  $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$  và nghiệm của Phương trình (12) được cho bằng Công thức (13):

$$c_A^\# = \frac{2c_A^* + (k^2 w) / t_g}{1 - k^2 u_{rel}^2(w)} \quad (13)$$

### 8.5 Giới hạn khoảng-tin cậy

Giới hạn tin cậy dưới  $c_A^<$  và trên  $c_A^>$  được tính bằng cách sử dụng các phương trình (14) và (15) (xem ISO 11292<sup>[1]</sup>):

$$c_A^< = c_A - k_p u_c(c_A) \quad p = \omega \frac{(1-\gamma)}{2} \quad (14)$$

$$c_A^> = c_A + k_p u_c(c_A) \quad q = (1-\omega) \frac{\gamma}{2} \quad (15)$$

Trong đó  $\omega$  được tính bằng:

$$\omega = F \left[ \frac{y}{u(y)} \right]$$

Trong đó  $F$  là hàm phân bố của sự phân bố chuẩn hóa;

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

Nếu  $c_A \geq 4u_c(c_A)$ ,  $\omega$  có thể tính đơn thuần. Trong trường hợp này:

$$c_A^{\leq}, c_A^{\geq} = c_A \pm k_{(1-\gamma)/2} u_c(c_A) \quad (16)$$

$\gamma = 0,05$  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 tối thiểu các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng mẫu;
- c) Các đơn vị trong kết quả thể hiện;
- d) 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:

- e) Xác suất,  $\alpha, \beta$  và  $(1 - \gamma)$ ;
- f) Ngưỡng quyết định và giới hạn phát hiện;
- g) Tùy thuộc vào yêu cầu của khách hàng, có những cách khác nhau để trình bày kết quả:
  - 1) Nếu hoạt độ phóng xạ,  $c_A$ , tương ứng với ngưỡng quyết định (xem ISO 11929<sup>(1)</sup>) thì kết quả của phép đo cần phải thể hiện  $\leq c_A^*$  nếu kết quả thấp hơn ngưỡng quyết định.
  - 2) Nếu hoạt độ phóng xạ,  $c_A$ , tương ứng với giới hạn phát hiện, 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 khẳng định bằng tài liệu rằng phương pháp đo không phù hợp với mục đích của phép đo.
- h) Chi tiết về mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn, cùng với các chi tiết mà có thể ảnh hưởng đến kết quả.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] 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* <sup>2)</sup>
- [2] ISO/IEC NP Guide 98-3, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*
- [3] ISO Guide 99:1993, *International vocabulary of basic and general terms in metrology (VIM)*
- [4] SEKOW, T.M., BARI, A., PAREKH, P.P., HAINES, D.K., GAO, H., BOLDEN, A.N., DAHMS, K.S., SCARPITTA, S.C., THERN, R.E., VELAZQUEZ, S. Experimental investigation of mass efficiency curve for alpha radioactivity counting using a gas-proportional detector. *Appl. Radiat. Isot.* 2004, **60**, pp. 879-886
- [5] MURDOCH, J. *Control charts*. Macmillan, London, 1979. 150 p.
- [6] MARSHALL, R.A.G. Cumulative sum charts for monitoring of radioactivity background count rates. *Anal. Chem.* 1997, **49**, pp. 2193-2196
- [7] MORRIS, A.W., RILEY, J.P. The direct gravimetric determination of the salinity of sea-water. *Deep Sea Res.* 1964, **11**, p. 899