

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10758-6:2016

ISO 18589-6:2009

Xuất bản lần 1

**ĐO HOẠT ĐỘ PHÓNG XẠ TRONG MÔI TRƯỜNG - ĐẤT -
PHẦN 6: ĐO TỔNG HOẠT ĐỘ ALPHA VÀ TỔNG HOẠT ĐỘ
BETA**

*Measurement of radioactivity in the environment - Soil -
Part 6: Measurement of gross alpha and gross beta activities*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 10758-6:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 18589-6:2009.

TCVN 10758-6:2016 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC85/SC2 Bảo vệ bức xạ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 10758 (ISO 18589) *Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường – Đất* gồm có các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 10758-1:2016 (ISO 18589-1:2005), *Phần 1: Hướng dẫn chung và định nghĩa*;
- TCVN 10758-2:2016 (ISO 18589-2:2015), *Phần 2: Hướng dẫn lựa chọn chiến lược lấy mẫu, lấy mẫu và xử lý sơ bộ mẫu*;
- TCVN 10758-3:2016 (ISO 18589-3:2015), *Phần 3: Phương pháp thử các nhân phóng xạ phát gamma bằng đo phổ gamma*;
- TCVN 10758-4:2016 (ISO 18589-4:2009), *Phần 4: Đo các đồng vị plutoni (plutoni 238 và plutoni 239+240) bằng phổ alpha*;
- TCVN 10758-5:2016 (ISO 18589-5:2009), *Phần 5: Đo stronti 90*;
- TCVN 10758-6:2016 (ISO 18589-6:2009), *Phần 6: Đo tổng hoạt độ alpha và tổng hoạt độ beta*;

Bộ ISO 18589 còn có tiêu chuẩn:

- ISO 18589-7:2013 *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 7: in situ measurement of gamma-emitting radionuclides*.

Lời giới thiệu

Bộ tiêu chuẩn TCVN 10758 được biên soạn theo phương pháp chấp nhận hoàn toàn tương đương với bộ tiêu chuẩn ISO 18589 đề cập đến các nội dung liên quan đến đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường đất.

Các tiêu chuẩn từ phần 1 đến phần 6 được sử dụng cho người chịu trách nhiệm về xác định hoạt độ phóng xạ có trong đất. Phần 1 và phần 2 là các tiêu chuẩn về yêu cầu chung. Phần 3 đến phần 5 đề cập đến các phép đo nhân phóng xạ cụ thể và phần 6 đề cập đến phép đo thông thường hoạt độ phóng xạ alpha và beta.

Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường - Đất -

Phần 6: Đo tổng hoạt độ alpha và tổng hoạt độ beta

Measurement of radioactivity in the environment – Soil –

Part 6: Measurement of gross alpha and gross beta activities

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này cung cấp phương pháp ước tính tổng hoạt độ phóng xạ của nguồn phát alpha và beta có trong mẫu đất. Tiêu chuẩn này chủ yếu áp dụng cho thanh tra có hệ thống dựa trên phép đo so sánh hoặc cho nghiên cứu sơ bộ địa điểm để hướng dẫn nhân viên thử nghiệm cả trong việc ưu tiên lựa chọn mẫu đất cho các phép đo cũng như phương pháp phân tích đặc thù.

Tổng hoạt độ phóng xạ α , β nói chung khác với tổng của hoạt độ phóng xạ hiệu dụng của các nhân phóng xạ hiện có vì, theo quy ước, hiệu suất đếm alpha giống nhau được ấn định đối với tất cả các phát xạ alpha và hiệu suất đếm beta giống nhau được ấn định cho tất cả các phát xạ beta.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau 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 31-9)¹⁾, *Đại lượng và đơn vị — Phần 9: Vật lý nguyên tử và vật lý hạt nhân*;

TCVN 6495 (ISO 11074), *Chất lượng đất – Từ vựng*.

TCVN 10758-1 (ISO 18589-1), *Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường – Đất – Phần 1: Hướng dẫn chung và định nghĩa*.

TCVN 10758-2 (ISO 18589-2), *Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường – Đất – Phần 2: Hướng dẫn lựa chọn chiến lược lấy mẫu, lấy mẫu và xử lý sơ bộ mẫu*.

TCVN ISO/IEC 17025 *Yêu cầu chung đối với năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn*.

¹⁾ TCVN 6398-9 (ISO 31-9) được thay bằng TCVN 7870-10 (ISO 80000-10)

3 Thuật ngữ, định nghĩa và ký hiệu

Trong tiêu chuẩn này, áp dụng các thuật ngữ, định nghĩa và ký hiệu trong TCVN 10758-1 (ISO 18589-1), TCVN 6495 (ISO 11074) và TCVN 6398-9 (ISO 31-9) và các ký hiệu sau:

m	Khối lượng phần mẫu thử, tính bằng kilogam;
a	Hoạt độ trên đơn vị khối lượng, tính bằng becquerel trên kilogam;
A_α, A_β	Hoạt độ của dung dịch chuẩn trong nguồn hiệu chuẩn α, β , tính bằng becquerel;
t_g	Thời gian đếm mẫu, tính bằng giây;
t_0	Thời gian đếm phòng nền, tính bằng giây;
$t_{s\alpha}, t_{s\beta}$	Thời gian đếm của nguồn hiệu chuẩn α, β , tính bằng giây;
$r_{g\alpha}, r_{g\beta}$	Tốc độ đếm tổng mẫu trên giấy, từ cửa sổ α và β ;
$r_{0\alpha}, r_{0\beta}$	Tốc độ đếm phòng nền trên giấy từ cửa sổ α và β ;
$r_{s\alpha}, r_{s\beta}$	Tốc độ đếm nguồn hiệu chuẩn trên giấy từ cửa sổ α và β ;
$\varepsilon_\alpha, \varepsilon_\beta$	Hiệu suất đếm alpha và beta;
χ	Phần trăm số đếm α đi vào cửa sổ β từ nguồn hiệu chuẩn;
$u(a)$	Độ không đảm bảo chuẩn của kết quả phép đo;
U	Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng $U = ku(a)$ với $k = 1, 2, \dots$ tính bằng becquerel trên kilogam;
a^*	Ngưỡng quyết định, tính bằng becquerel trên kilogam;
$a^\#$	Giới hạn phát hiện, tính bằng becquerel trên kilogam;
$a^<, a^>$	Giới hạn dưới và trên của khoảng tin cậy, tính bằng becquerel trên kilogam.

4 Nguyên lý

Tổng hoạt độ phóng xạ alpha và beta được xác định bằng cách sử dụng phương pháp đếm dòng khí hoặc đếm nhấp nháy rắn trên lớp đất mịn, mỏng trên một khay. ^{[1], [2], [3]}

Việc xác định tổng hoạt độ alpha và beta không phải là phép xác định tuyệt đối các thành phần phóng xạ alpha và beta của mẫu, mà là phép xác định tương đối dựa vào chất phát ra bức xạ alpha và beta dùng để tạo nên nguồn chuẩn hiệu chuẩn. Các kiểu xác định này cũng được biết như là chỉ số alpha và chỉ số beta.

5 Thuốc thử và thiết bị

5.1 Dung môi loại bỏ dầu

5.2 Chất cố định, ví dụ xenlulo nitrat (Parlodion^{®2)}), đến 10 g/L trong axeton.

²⁾ Parlodion[®] là một ví dụ về sản phẩm phù hợp có bán sẵn. Thông tin này được đưa ra chỉ tạo thuận lợi cho người sử dụng mà không phải là xác nhận của tiêu chuẩn về sản phẩm này.

5.3 Khay, làm bằng thép không gỉ có đường kính phù hợp với thiết bị đo.

5.4 Cân phân tích, chính xác đến 0,1 mg.

5.5 Máy đếm tỉ lệ dòng khí hoặc máy đếm nhấp nháy rắn (như ZnS), được thiết kế để phân biệt giữa hoạt độ phóng xạ alpha và beta.

6 Quy trình

6.1 Chuẩn bị nguồn

Chuẩn bị nguồn bao gồm các giai đoạn sau:

- Làm sạch khay (5.3) sử dụng dung môi loại bỏ dầu (5.1).
- Lắng đọng đồng đều một lượng đã biết mẫu thử, m , được chuẩn bị theo TCVN 10758-2 (ISO 18589-2) để có thể thu được một lớp mỏng nhất với mật độ bề mặt nhỏ hơn 20 mg/cm^2 .
- Khối lượng mẫu phải nằm trong khoảng từ giá trị nhỏ nhất đến giá trị lớn nhất của đường chuẩn.
- Đặt khay lên một bề mặt ngang.
- Nên phủ lớp lắng đọng sử dụng chất cố định (ví dụ 10 mL Parlodion hòa tan trong đĩa thử 130 mm) và để bay hơi ở nhiệt độ xung quanh (lấy cùng lượng chất cố định như được dùng để chuẩn bị nguồn chuẩn). Mục đích của thao tác này là để cố định lâu dài một lớp phim mỏng lên bề mặt của mẫu trên khay.

Nguồn đã sẵn sàng để xác định tổng hoạt độ phóng xạ alpha và beta sử dụng thiết bị đo đã được hiệu chuẩn trước đó.

Khay cần phải được bảo quản phù hợp trước khi đo, tránh mọi nguy cơ nhiễm bẩn.

QUAN TRỌNG:

- Hiện tượng tự hấp thụ tùy thuộc vào thành phần nền mẫu cũng như độ dày của lớp lắng đọng có xu hướng ước tính thấp tổng hoạt độ phóng xạ, đặc biệt hoạt độ phóng xạ alpha.
- Khó để chuẩn bị nguồn mỏng với độ dày đồng đều, cần phải không thay đổi từ lần chuẩn bị này đến lần chuẩn bị khác.

6.2 Hiệu chuẩn

6.2.1 Nguyên lý

Hiệu suất đếm và độ không đảm bảo được xác định bằng cách sử dụng nguồn hiệu chuẩn so sánh mẫu đất ^[4], ^[5], ^[6] được chuẩn bị bởi

- Các cơ quan đo lường sử dụng mẫu đất chuẩn được cung cấp;
- Phòng thử nghiệm sử dụng mẫu đất giống với đặc tính đất được phân tích, tính đồng nhất đã được đánh giá kỹ lưỡng. Các đất này trở thành đất chuẩn sau khi thêm chuẩn, riêng rẽ với dung dịch

TCVN 10758-6:2016

hiệu chuẩn alpha và beta có hoạt độ đủ lớn để hoạt độ của các nhân phóng xạ tự nhiên hoặc nhân tạo hiện có trong đất đại diện nhỏ hơn 2 % so với tổng hoạt độ trong đất chuẩn.

Trong các dung dịch chuẩn của các nhân phóng xạ alpha nhân tạo, ^{241}Am và ^{239}Pu thường được lựa chọn. Nếu ^{239}Pu được dùng thì sự xuất hiện của ^{241}Pu được xem như tạp chất cần phải được xem xét. Trong các dung dịch chuẩn của các nhân phóng xạ beta nhân tạo, $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ thường được lựa chọn. Cuối cùng, trong các dung dịch chuẩn tự nhiên, U tự nhiên và ^{40}K thường được lựa chọn.

Ví dụ về phương pháp chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn với plutoni để đo tổng hoạt độ phóng xạ α được nêu trong Phụ lục A. Một cách tương tự có thể được tiến hành bằng phương pháp thêm chuẩn.

Nguồn hiệu chuẩn cần phải được bảo quản trong bình hút ẩm do đặc tính ưa nước của đất.

Nên chọn cửa sổ alpha và beta sao cho χ gần bằng không. Sau đó chỉ cần xem xét hệ số hiệu chỉnh χ là đủ. Nếu không thực hiện được, cần xem xét cả hệ số hiệu chỉnh χ và beta-alpha.

6.2.2 Quy trình

6.2.2.1 Hiệu chuẩn beta

Quy trình hiệu chuẩn máy đếm như sau

- Lắng đọng một lớp mỏng đất chuẩn theo quy trình như được nêu ở 6.1.
- Lựa chọn độ rộng của cửa sổ alpha và beta
- Lựa chọn t_{sp} để thu được ít nhất 10^4 số đếm trong cửa sổ beta.
- Xác định tốc độ đếm của nguồn hiệu chuẩn trong các cửa sổ của chúng.
- Kiểm tra xác nhận tốc độ đếm trong cửa sổ alpha bằng không hoặc tương thích với số đếm phông nền của thiết bị.
- Tính hiệu suất đếm của máy đếm, chia tốc độ đếm ghi được cho hoạt độ của nguồn hiệu chuẩn theo Công thức (1):

$$\varepsilon_{\beta} = (r_{sp} - r_{0\beta}) / A_{\beta} \quad (1)$$

6.2.2 Hiệu chuẩn alpha

Quy trình hiệu chuẩn máy đếm như sau

- Lắng đọng một lớp mỏng đất chuẩn theo quy trình như được nêu ở 6.1.
- Lựa chọn độ rộng của cửa sổ alpha và beta
- Lựa chọn t_{sa} để thu được ít nhất 10^4 số đếm trong cửa sổ beta.
- Xác định tốc độ đếm của nguồn hiệu chuẩn trong các cửa sổ của chúng.
- Tính hệ số hiệu chỉnh χ theo Công thức (2):

$$\chi = r_{S\alpha \rightarrow \beta} / r_{S\alpha} \quad (2)$$

Trong đó $r_{S\alpha \rightarrow \beta}$ là tốc độ đếm trong cửa sổ beta khi đo nguồn hiệu chuẩn alpha.

f) Tính hiệu suất đếm của máy đếm, chia tốc độ đếm ghi được cho hoạt độ của nguồn hiệu chuẩn theo Công thức (3):

$$\varepsilon_{\alpha} = (r_{S\alpha} - r_{0\alpha}) / A_{\alpha} \quad (3)$$

6.3 Đường chuẩn

Nói chung, rất khó để tạo ra nguồn mẫu giống với nguồn hiệu chuẩn. Để tránh sai khác của hiện tượng tự hấp thụ giữa chúng, để thuận tiện nên xây dựng một đường chuẩn của khối lượng mẫu với hiệu suất đếm, $\varepsilon(m)$. Hiệu ứng tự hấp thụ là quan trọng hơn trong số đếm alpha.

6.4 Xác định phòng nền

Đo phòng nền sử dụng khay được chuẩn bị theo đúng cách như đối với nguồn mẫu. Đặt tốc độ đếm đo được là $r_{0\alpha}$ và $r_{0\beta}$.

6.5 Đo

Hoạt độ phóng xạ alpha và beta trên đơn vị khối lượng được ước tính bằng cách đếm nguồn mẫu với thời gian thích hợp.

Điều kiện thiết bị được sử dụng phải như nhau đối với phép đo mẫu, đo phòng nền và nguồn hiệu chuẩn.

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

$r_{g\alpha}$ và $r_{g\beta}$ được hiệu chỉnh về sự đóng góp phòng nền và $r_{g\beta}$ được hiệu chỉnh về sự đóng góp của χ .

7 Biểu thị kết quả

7.1 Hoạt độ trên đơn vị khối lượng

7.1.1 Tính hoạt độ alpha trên đơn vị khối lượng

Tổng hoạt độ alpha trên đơn vị khối lượng, a_{α} được tính theo Công thức (4):

$$a_{\alpha} = \frac{(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})}{m \cdot \varepsilon_{\alpha}(m)} = (r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) \cdot w \quad (4)$$

Trong đó $w = \frac{1}{m \cdot \varepsilon_{\alpha}(m)}$

7.1.2 Tính hoạt độ beta trên đơn vị khối lượng

Tổng hoạt độ beta trên đơn vị khối lượng, a_β được tính theo Công thức (5):

$$a_\beta = \frac{r_{g\beta} - r_{0\beta} - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})}{m \cdot \varepsilon_\beta(m)} = [r_{g\beta} - r_{0\beta} - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})] \cdot w \quad (5)$$

Trong đó $w = \frac{1}{m \cdot \varepsilon_\alpha(m)}$

Nếu χ có thể bỏ qua, $\chi = 0$, và Công thức (5) trở thành tương tự như Công thức (4).

7.2 Độ không đảm bảo chuẩn

7.2.1 Độ không đảm bảo chuẩn của hoạt độ alpha trên một đơn vị khối lượng

Như quy định tại TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), độ không đảm bảo chuẩn của a_α được tính theo Công thức (6):

$$u(a_\alpha) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_{g\alpha}) + u^2(r_{0\alpha})] + a_\alpha^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot (r_{g\alpha}/t_g + r_{0\alpha}/t_0) + a_\alpha^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (6)$$

Trong đó độ không đảm bảo của thời gian đếm có thể bỏ qua.

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối w được tính theo Công thức (7):

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2[\varepsilon_\alpha(m)] + u_{rel}^2(m) \quad (7)$$

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

$$u_{rel}^2[\varepsilon_\alpha(m)] = u_{rel}^2(r_{S\alpha} - r_{0\alpha}) + u_{rel}^2(A_\alpha) = (r_{S\alpha}/t_{S\alpha} + r_{0\alpha}/t_0)/(r_{S\alpha} - r_{0\alpha})^2 + u_{rel}^2(A_\alpha) \quad (8)$$

$u_{rel}^2(A_\alpha)$ bao gồm tất cả độ không đảm bảo đo có liên quan đến nguồn hiệu chuẩn, nghĩa là độ không đảm bảo của dung dịch chuẩn và chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn.

Để tính giới hạn phát hiện, cần tính độ không đảm bảo chuẩn của $\tilde{u}(\tilde{a}_\alpha)$ (xem ISO 11929^[1]), nghĩa là độ không đảm bảo chuẩn của a_α là hàm số của giá trị thực của nó, theo Công thức (9):

$$\tilde{u}(\tilde{a}_\alpha) = \sqrt{w^2 \cdot [(\tilde{a}_\alpha/w + r_{0\alpha})/t_g + r_{0\alpha}/t_0] + \tilde{a}_\alpha^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (9)$$

7.2.2 Độ không đảm bảo chuẩn của hoạt độ beta trên một đơn vị khối lượng

Như quy định tại TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), độ không đảm bảo chuẩn của a_β được tính theo Công thức (10) và (11):

$$u(a_\beta) = \sqrt{w^2 \cdot [(r_{g\beta}/t_g + r_{0\beta}/t_0) + T(\chi)] + a_\beta^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (10)$$

Với

$$T(\chi) = (r_{g\alpha} - r_{0\alpha})^2 u^2(\chi) + \chi^2 (r_{g\alpha}/t_g + r_{0\alpha}/t_0) \quad (11)$$

Trong đó độ không đảm bảo của thời gian đếm có thể bỏ qua.

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối của w được tính theo Công thức (12):

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2[\varepsilon_\beta(m)] + u_{\text{rel}}^2(m) \quad (12)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối ε_β được tính theo Công thức (13):

$$u_{\text{rel}}^2[\varepsilon_\beta(m)] = u_{\text{rel}}^2(r_{s\beta} - r_{0\beta}) + u_{\text{rel}}^2(A_\beta) = (r_{s\beta}/t_{s\beta} + r_{0\beta}/t_0)/(r_{s\beta} - r_{0\beta})^2 + u_{\text{rel}}^2(A_\beta) \quad (13)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối của χ được tính theo Công thức (14):

$$u(\chi) = \sqrt{\chi(\chi+1)/(r_{s\alpha} \cdot t_{s\alpha})} \quad (14)$$

Để tính giới hạn phát hiện (xem ISO 11929), cần tính $\tilde{u}(\tilde{a}_\beta)$, nghĩa là độ không đảm bảo chuẩn của a_β là hàm số của giá trị thực của nó, theo Công thức (15):

$$\tilde{u}(\tilde{a}_\beta) = \sqrt{w^2 \left\{ \tilde{a}_\beta/w + \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_{0\beta} \right\} / t_g + r_{0\beta}/t_0 + T(\chi)} + \tilde{a}_\beta^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w) \quad (15)$$

Nếu χ có thể bỏ qua, $\chi = 0$, và Công thức (10) và (15) tương tự với Công thức (6) và (9).

7.3 Ngưỡng quyết định

7.3.1 Ngưỡng quyết định của hoạt độ alpha trên đơn vị khối lượng

Ngưỡng quyết định, a_α^* (Xem ISO 11929), thu được từ Công thức (9) với $\tilde{a}_\alpha = 0$ và được tính theo Công thức (16):

$$a_\alpha^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{r_{0\alpha}/t_g + r_{0\alpha}/t_0} \quad (16)$$

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

7.3.2 Ngưỡng quyết định của hoạt độ beta trên đơn vị khối lượng

Ngưỡng quyết định, a_β^* (Xem ISO 11929), thu được từ Công thức (15) với $\tilde{a}_\beta = 0$ và được tính theo Công thức (17):

$$a_\beta^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{\left\{ \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_{0\beta} \right\} / t_g + r_{0\beta}/t_0 + T(\chi)} \quad (17)$$

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

Nếu χ có thể bỏ qua, $\chi = 0$, và Công thức (17) tương tự với Công thức (16).

7.4 Giới hạn phát hiện

7.4.1 Giới hạn phát hiện của hoạt độ alpha trên đơn vị khối lượng

Giới hạn phát hiện $a_{\alpha}^{\#}$ được tính theo Công thức (18) (xem ISO 11929):

$$a_{\alpha}^{\#} = a_{\alpha}^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(a_{\alpha}^{\#}) = a_{\alpha}^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \left[\left(\frac{a_{\alpha}^{\#}}{w + r_{0\alpha}} \right) / t_g + r_{0\alpha} / t_0 \right] + \left(\frac{a_{\alpha}^{\#}}{w} \right)^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (18)$$

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

Giới hạn phát hiện có thể được tính bằng cách giải Công thức (18) đối với $a_{\alpha}^{\#}$ hoặc, đơn giản hơn, bằng cách lặp lại với phép tính xấp xỉ $a_{\alpha}^{\#} = 2 \cdot a_{\alpha}^*$

Khi lấy $\alpha = \beta$, thì $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ và giải Công thức (18) được Công thức (19):

$$a_{\alpha}^{\#} = \frac{2 \cdot a_{\alpha}^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (19)$$

7.4.2 Giới hạn phát hiện của hoạt độ beta trên đơn vị khối lượng

Giới hạn phát hiện $a_{\beta}^{\#}$ được tính theo Công thức (20) (xem ISO 11929):

$$a_{\beta}^{\#} = a_{\beta}^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(a_{\beta}^{\#}) = a_{\beta}^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \left\{ \left(\frac{a_{\beta}^{\#}}{w} + \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_{0\beta} \right) / t_g + r_{0\beta} / t_0 + T(\chi) \right\} + \left(\frac{a_{\beta}^{\#}}{w} \right)^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (20)$$

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

Giới hạn phát hiện có thể tính được bằng cách giải công thức (20) đối với $a_{\beta}^{\#}$, đơn giản hơn, bằng cách lặp lại với phép tính xấp xỉ $a_{\beta}^{\#} = 2 \cdot a_{\beta}^*$

Nếu χ có thể bỏ qua, $\chi = 0$, và Công thức (20) tương tự với Công thức (18).

Khi lấy $\alpha = \beta$, $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ và giải Công thức (20) được Công thức (21):

$$a_{\beta}^{\#} = \frac{2 \cdot a_{\beta}^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (21)$$

7.5 Giới hạn tin cậy

Giới hạn dưới, a° , và giới hạn trên, a° , được tính theo Công thức (22) và (23):

$$a^{\circ} = a - k_p \cdot u(a) \quad p = \omega(1 - \gamma/2) \quad (22)$$

$$a^{\circ} = a + k_q \cdot u(a) \quad q = 1 - \omega \cdot \gamma/2 \quad (23)$$

Trong đó $\omega = \Phi[y/u(y)]$ trong đó Φ là hàm phân bố của phân bố chuẩn

Đặt $\omega = 1$ nếu $a \geq 4 u(a)$. Trong trường hợp này:

$$a^{9,5} = a \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(a) \quad (24)$$

$\gamma = 0,05$ với $k_{1-\gamma/2} = 1,96$ thường được chọn mặc định.

8 Báo cáo thử nghiệm

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

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Tất cả các thông tin để nhận dạng mẫu;
- Các đơn vị để biểu thị kết quả;
- Kết quả thử, $a \pm u(a)$ hoặc $a \pm U$, với giá trị k liên đới.

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 nồng độ hoạt độ phóng xạ, a , được so sánh với ngưỡng quyết định (xem ISO 11929) thì kết quả của phép đo cần phải thể hiện là $\leq a^*$ nếu kết quả thấp hơn ngưỡng quyết định;
- Nếu nồng độ hoạt độ phóng xạ, a , được so sánh với giới hạn phát hiện, kết quả của phép đo cần phải thể hiện $\leq a^H$ 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 là phương pháp đo không phù hợp với mục đích của phép đo.

- Mọi thông tin liên quan có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn với plutoni 239

A.1 Nguyên lý

Một lượng đã biết ^{239}Pu được thêm vào mẫu đất trong môi trường nước. Cần phải xem xét những thất thoát hoạt độ phóng xạ trong thao tác.

A.2 Chuẩn bị mẫu đã thêm chuẩn

Chuẩn bị mẫu đã thêm chuẩn bao gồm các giai đoạn sau

- Chuẩn bị đất, theo quy trình được mô tả trong TCVN 10758-2 (ISO 18589-2).
- Chuyển phần mẫu thử đất (khoảng 5 g) vào cốc thủy tinh, B1, khối lượng cốc đã biết.
- Sấy khô trong lò ở $(105 \pm 10)^\circ\text{C}$ trong 1 h, để nguội trong bình hút ẩm và xác định khối lượng của đất hiện có bằng cách tính độ chênh lệch khối lượng m_1 .
- Thêm 10 mL nước và khuấy nhẹ trong 1 h cho đến khi dung dịch đồng nhất.
- Thêm bằng cách cân một lượng đã biết chuẩn ^{239}Pu , A_0 , và khuấy trong khoảng 1 h.
- Vừa đun vừa khuấy dung dịch cho đến khi mẫu tạo thể rắn.
- Sấy khô trong lò ở $(105 \pm 10)^\circ\text{C}$ cho đến khối lượng không đổi.
- Để nguội sau đó dùng xẻng lấy mẫu đã thêm chuẩn cho qua sàng 200 μm . Đây là đất chuẩn.

A.3 Xác định hoạt độ mẫu đã thêm chuẩn

Để xác định hoạt độ phóng xạ của đất chuẩn, cần phải tiến hành thao tác sau đây:

- Xác định khối lượng của đất chuẩn, m_2 .
- Xác định hoạt độ của đất chuẩn, A_{exp} , theo quy trình trong TCVN 10758-4 (ISO 18589-4).

A.4 Xác định hoạt độ còn lại

Hoạt độ còn lại tương ứng với thất thoát hoạt độ trong quá trình chuẩn bị mẫu đã thêm chuẩn. Để xác định hoạt độ này, thao tác sau đây cần phải tiến hành

- Đặt sàng và máy trộn được sử dụng vào cốc B1.
- Rửa bằng dung dịch axit nitric, $c(\text{HNO}_3) = 4 \text{ mol/L}$, và giữ lại dung dịch rửa.
- Xác định hoạt tính còn lại, A_{res} , của ^{239}Pu bằng cách đo hoạt độ α của dung dịch còn lại.

A.5 Chuẩn bị và đo nguồn hiệu chuẩn

Quy trình được tiến hành như sau

- Lắng đọng một lớp mỏng một lượng đã biết đất chuẩn trên một đĩa thử sạch làm bằng thép không gỉ theo quy trình như được nêu ở 6.1. Đây là nguồn hiệu chuẩn.
- Thêm chất cố định vào khay.
- Xác định tốc độ đếm α của nguồn hiệu chuẩn sử dụng các điều kiện thiết bị giống như được dùng cho tất cả các phép đo.

Để chuẩn bị các nguồn hiệu chuẩn này, phải sử dụng lượng đất đã thêm chuẩn và chất cố định như nhau trong quá trình chuẩn bị nguồn đo (xem 6.1).

A.6 Xác định hiệu suất

Ngoại trừ độ không đảm bảo, nếu Công thức (A.1) được kiểm tra xác nhận, hiệu suất đếm có thể được xác định theo Công thức (A.2):

$$A_{\text{exp}} = A_{\text{th}} - A_{\text{res}} \quad (\text{A.1})$$

$$\varepsilon_{\alpha} = \frac{(r_{S\alpha} - r_{0\alpha})}{A_{\alpha}} \quad (\text{A.2})$$

Trong đó

$$A_{\alpha} = A_{\text{exp}} \cdot m_3 / m_2$$

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] NF M 60-790-5, *Énergie nucléaire — Mesure de la radioactivité dans l'environnement — Sol. Partie 5: méthode de mesure de l'indice de radioactivité alpha globale en équivalent ^{239}Pu et de l'indice de radioactivité bêta globale en équivalent ^{90}Sr et ^{90}Y à l'équilibre dans des échantillons de sol*, 1999
- [2] CSN, *Procedimiento de medida del índice de actividad alfa y beta total en suelos*, Colección Informes Técnicos 11.2003, Procedimiento 3.3, 2005
- [3] ASTM D3648-04, *Standard Practices for the Measurement of Radioactivity*, 2004
- [4] NUREG-1576, EPA 402-B-04-001A, NTIS PB2004-105421, *Multi-Agency Radiological Laboratory Analytical Protocols Manual (MARLAP)*, 2005
- [5] U.S. Department of Energy, *The Procedures Manual of the Environmental Measurements Laboratory*, HASL-300, 1999
- [6] AKU, *Recommendations for the surveillance of environmental radioactivity* (in German), Loseblattsammlung des Arbeitskreises Umweltüberwachung (AKU) des Fachverbandes für Strahlenschutz e.V., WINTER M., NARROG J., KUKL W., VILGIS M. (eds.), ISSN 1013-4506, 1999
- [7] WEISE, K., HÜBEL, K., MICHEL, R., ROSE, E., SCHLÄGER, M., SCHRAMMEL, D., TÄSCHNER, M., *Determination of the detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements — Fundamentals and particular applications; Proposal for a standard*, Report FS-05-129-AKSIGMA, Fachverband für Strahlenschutz, TÜV-Verlag (Cologne), 2005
- [8] 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*
- [9] TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), *Độ không đảm bảo đo — Phần 3 : Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo* (GUM:1995)
- [10] TCVN 10758-4 (ISO 18589-4), *Đo hoạt độ phóng xạ trong môi trường — Đất — Phần 4: Đo các đồng vị plutoni (plutoni 238 và plutoni 239+240) bằng phổ alpha*.