

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10758-4:2016**

**ISO 18589-4:2009**

Xuất bản lần 1

**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**

*Measurement of radioactivity in the environment - Soil - Part 4: Measurement of plutonium isotopes (plutonium 238 and plutonium 239 + 240) by alpha spectrometry*

**HÀ NỘI - 2016**

## Lời nói đầu

**TCVN 10758-4:2016** (ISO 18589-4:2009) hoàn toàn tương đương với ISO 18589-4:2009.

**TCVN 10758-4:2016** (ISO 18589-4:2009) 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 4: Đo các đồng vị plutoni (plutoni 238 và plutoni 239 + 240) bằng phổ alpha

*Measurement of radioactivity in the environment – Soil –*

*Part 4: Measurement of plutonium isotopes (plutonium 238 and plutonium 239+240) by alpha spectrometry*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này mô tả phương pháp đo đồng vị plutoni 238 và 239 + 240 trong đất bằng mẫu phổ alpha sử dụng kỹ thuật tách hóa học. Phương pháp này có thể sử dụng trong nghiên cứu hoặc quan trắc môi trường. Kỹ thuật này cũng có thể được dùng để đo mức hoạt độ rất thấp, độ lớn nhỏ hơn mức nhân phóng xạ tự nhiên phát alpha một hoặc hai bậc.

Khối lượng cần thiết của phần mẫu thử tùy thuộc vào hoạt độ dự đoán của mẫu và giới hạn phát hiện. Trong thực tế, khối lượng mẫu thử trong khoảng từ 0,1 g đến 100 g.

#### 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)<sup>1)</sup>, *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*.

<sup>1)</sup> 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 của phần mẫu thử, tính bằng kilogam                                                                 |
| $a$           | Hoạt độ trên đơn vị khối lượng, tính bằng becquerel trên kilogam                                               |
| $A$           | Hoạt độ của đồng vị đánh dấu tại thời điểm đo, tính bằng becquerel                                             |
| $t_g$         | Thời gian đếm mẫu, tính bằng giây                                                                              |
| $t_0$         | Thời gian đếm phóng nền, tính bằng giây                                                                        |
| $r_g, r_{gt}$ | Tốc độ đếm tổng cộng trên giây của mẫu từ plutoni và đồng vị đánh dấu được đo tương ứng                        |
| $R$           | Suất đo tổng                                                                                                   |
| $u(a)$        | Độ không đảm bảo chuẩn của kết quả phép đo, tính bằng becquerel trên kilogam                                   |
| $U$           | Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng $U = ku(c_A)$ với $k = 1, 2, \dots$ , tính bằng becquerel trên kilogam |
| $a^*$         | Ngưỡng quyết định, tính bằng becquerel trên kilogam                                                            |
| $a^\#$        | Ngưỡng 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

Plutoni được lắng đọng như một nguồn mỏng đối với phép đo phổ alpha sử dụng buồng kế ô hoặc thiết bị kiểu detector bán dẫn. Nguồn thường được chuẩn bị bằng lắng điện phân hoặc cùng kết tủa sau khi tách hóa học và làm tinh khiết đồng vị plutoni có trong phần mẫu thử <sup>[1], [2], [3], [4]</sup>. Lắng đọng trực tiếp lên khay như phun điện tử cũng có thể được dùng.

Quy trình tách hóa học riêng và làm tinh khiết được yêu cầu để tránh nhiễu từ nguồn phát  $\alpha$  tự nhiên hoặc nhân tạo và các nhân phóng xạ bền vững trong mẫu, với khối lượng mà thường lớn hơn khối lượng các đồng vị plutoni trong phép đo chúng.

Quy trình này cho phép loại bỏ các nguồn cản trở chính, kể cả

- Hàm lượng muối của dung dịch ngâm chiết đặc biệt các nguyên tố thủy phân, để chuẩn bị nguồn lắng đọng mỏng nhất.
- Các nhân phóng xạ phát  $\alpha$ , như  $^{241}\text{Am}$  và đồng vị thori, sự phát xạ của chúng có thể làm nhiễu với sự phát xạ của đồng vị plutoni.

Suất đo tổng đối với từng phân tích (hiệu suất tách hóa học, lắng đọng lớp mỏng và đo) được xác định bằng cách thêm dung dịch chuẩn  $^{238}\text{Pu}$  hoặc  $^{242}\text{Pu}$  được xem như là chất đánh dấu. Kết quả là, quy

trình cần phải bao gồm một chu kỳ hóa trị, điều chỉnh chất đánh dấu và đồng vị plutoni được đo đến trạng thái oxy hóa như nhau, để đạt được biểu hiện hóa học tương tự với tất cả.

## 5 Thuốc thử và thiết bị

Thuốc thử và thiết bị được mô tả trong Phụ lục A đối với giải hấp plutoni, Phụ lục B, Phụ lục C và Phụ lục D cho xử lý hóa học và Phụ lục E và Phụ lục F cho cách chuẩn bị nguồn lắng đọng.

Tất cả hóa chất thuốc thử được dùng trong quy trình này phải đạt cấp phân tích.

## 6 Quy trình

### 6.1 Giải hấp plutoni

Cần giải hấp plutoni khỏi phần mẫu thử vào trong dung dịch. Khi plutoni được hấp thụ lên các hạt đất từ dung dịch nước hoặc trên các hạt lắng đọng trực tiếp lên đất, nó sẽ giải hấp bằng cách xử lý axit trực tiếp. Plutoni được động vật và thực vật chuyển hóa tạo thành phức hữu cơ có thể tìm thấy trong mẫu đất. Các phức này được giải phóng bằng cách phá hủy các chất hữu cơ có trong đất bằng cách nung mẫu thử từ 500 °C đến 600 °C. Trong một số trường hợp, khi nung, plutoni có thể tạo thành hợp chất chịu lửa, do vậy cần phải xử lý bằng axit flohydric hoặc nung chảy để làm tan chảy chúng <sup>[4]</sup>.

Hai phương pháp giải hấp plutoni được mô tả trong Phụ lục A.

Để định lượng lượng hiệu suất thu hồi, chất đánh dấu được bổ sung vào lúc bắt đầu ở bước này của quy trình; thời gian được phép, thường tới một ngày, để thu được sự cân bằng trước khi bắt đầu giải hấp plutoni.

### 6.2 Tách hóa học

Thường sử dụng ba kỹ thuật để tách hóa chất plutoni: chiết lỏng-lỏng, chiết trên nhựa trao đổi ion hoặc nhựa chiết sắc ký đặc trưng. Các kỹ thuật này được trình bày trong các Phụ lục từ Phụ lục B đến Phụ lục D: dung môi hữu cơ <sup>[5]</sup>, tách bằng nhựa anion hoặc nhựa chiết sắc ký <sup>[7], [8]</sup>.

### 6.3 Chuẩn bị nguồn đo

Nguồn được chuẩn bị bằng cách lắng đọng, hoặc lắng điện phân trên khay (đĩa thép không gỉ), hoặc bằng cách cùng kết tủa.

#### 6.3.1 Phương pháp lắng điện phân

Lắng điện phân được tiến hành sau khi tách hóa học plutoni ra khỏi các nguyên tố gây nhiễu. Việc này cho phép lắng điện phân các nhân phóng xạ trong lớp siêu mỏng lên trên khay <sup>[9], [10]</sup>. Quy trình mô tả trong Phụ lục E áp dụng cho cả ba phương pháp tách hóa học được mô tả trong Phụ lục B, Phụ lục C và Phụ lục D.

CHÚ THÍCH: Lắng điện phân không phải là phương pháp lựa chọn bởi vì các cation kim loại thường tạo thành hydroxit không tan có thể được lắng đọng tại cùng thời điểm như plutoni.

### 6.3.2 Phương pháp cùng kết tủa

Phương pháp cùng kết tủa, sử dụng hợp chất florua, có thể được tiến hành sau khi tách hóa học plutoni ra khỏi các nguyên tố gây nhiễu khác. Phương pháp này cho phép kết tủa các nhân phóng xạ dưới dạng một lớp mỏng lên trên cái lọc. Quy trình được mô tả trong Phụ lục F có thể áp dụng cho cả ba phương pháp tách hóa học được nêu trong các Phụ lục từ Phụ lục B đến Phụ lục D.

### 6.4 Xác định phong nền

Đo nền sử dụng mẫu trắng được chuẩn bị cho phương pháp đã chọn, bắt đầu với phần mẫu thử sạch (hoặc trực tiếp nước cất).

### 6.5 Đo

Hoạt độ plutoni trên đơn vị khối lượng được tính bằng cách đếm nguồn mẫu với một thời gian phù hợp. Các điều kiện thiết bị giống nhau đối với phép đo mẫu, nền và nguồn hiệu chuẩn.

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

Phổ cần phải được kiểm tra để xác nhận sự phân tách pic chính xác và không có pic cản trở.

## 7 Biểu thị kết quả

### 7.1 Tính hoạt độ trên đơn vị khối lượng

Hoạt độ plutoni được tính bằng cách tích hợp số đếm tương ứng với pic của chất đánh dấu nuclit phóng xạ,  $^{238}\text{Pu}$  và/hoặc  $^{239+240}\text{Pu}$ , của phổ phát alpha của mẫu, thu được từ phổ alpha. Kết quả của các tích hợp này, chia cho thời gian đếm, được tốc độ đếm tổng,  $r_g$  và  $r_0$  đối với chất đánh dấu và đồng vị plutoni, tương ứng.

$r_g$  và  $r_0$  được hiệu chỉnh đối với đóng góp nền, và, nếu cần, đối với đóng góp của đuôi pic năng lượng cao hơn, tùy thuộc vào đặc tính của detector.

Tốc độ đếm phong nền được tính từ phổ phát alpha của mẫu trắng bằng cách tích phân số đếm trong vùng quan tâm (ROI); vùng mà pic xuất hiện trong phổ đo được của mẫu. Kết quả của phép tích phân này, chia cho thời gian đếm được tốc độ đếm nền,  $r_{0t}$  và  $r_0$  đối với chất đánh dấu và đồng vị plutoni, tương ứng.

**CHÚ THÍCH** Mẫu trắng thu được và được đo bằng cách áp dụng quy trình được dùng trong phân tích nhưng không có mẫu đất và có hoặc không dùng chất đánh dấu.

Hoạt độ trên đơn vị khối lượng,  $a$  của đồng vị plutoni được tính theo Công thức (1):

$$a = (r_g - r_0) / (m \cdot R) = (r_g - r_0) \cdot w \quad (1)$$

Trong đó  $w = \frac{1}{m \cdot R}$

Suất đo tổng,  $R$  được xác định từ hoạt độ  $A$  của chất đánh dấu được thêm vào và tốc độ đếm thực tương ứng với pic được tính theo Công thức (2):

$$R = (r_g - r_{0t}) / A \quad (2)$$

Hiệu suất phát hiện cho phép tính hoạt độ hóa học. Giá trị này rất quan trọng trong kiểm soát chất lượng.

## 7.2 Độ không đảm bảo chuẩn

Theo TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3)<sup>[13]</sup>, độ không đảm bảo chuẩn  $a$  được tính theo Công thức (3):

$$u(a) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot (r_g/t_g + r_0/t_0) + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (3)$$

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 (4):

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(m) \quad (4)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối  $R$  được tính theo Công thức (5)

$$u_{rel}^2(R) = u_{rel}^2(r_g - r_{0t}) + u_{rel}^2(A) = (r_g/t_g + r_{0t}/t_0) / (r_g - r_{0t})^2 + u_{rel}^2(A) \quad (5)$$

$u_{rel}(A)$  bao gồm tất cả độ không đảm bảo đo có liên quan đến hoạt độ chất đánh dấu, nghĩa là độ không đảm bảo của dung dịch chuẩn, chuẩn bị dung dịch đánh dấu và việc thêm dung dịch đánh dấu vào mẫu.

Để tính giới hạn phát hiện, cần tính độ không đảm bảo chuẩn  $a$  ký hiệu  $\tilde{u}(\tilde{a})$  (xem ISO 11929<sup>[12]</sup>) là hàm số của giá trị thực của nó, theo Công thức (6):

$$\tilde{u}(\tilde{a}) = \sqrt{w^2 \cdot [(\tilde{a}/w + r_0)/t_g + r_0/t_0] + \tilde{a}^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (6)$$

## 7.3 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định,  $a^*$  thu được từ Công thức (6) với  $\tilde{a} = 0$  (Xem ISO 11929) và được tính theo Công thức (7):

$$a^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{r_0/t_g + r_0/t_0} \quad (7)$$

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

## 7.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện  $a^{\#}$  được tính theo Công thức (8) (xem ISO 11929):

$$a^{\#} = a^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(a^{\#}) = a^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \cdot [(a^{\#}/w + r_0)/t_g + r_0/t_0] + a^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (8)$$



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

Giới hạn phát hiện có thể được tính bằng cách giải Công thức (8) đối với  $a^*$  hoặc, đơn giản hơn, bằng cách lặp lại với phép tính xấp xỉ  $a^* = 2 \cdot a^*$

Khi lấy  $\alpha = \beta$ ,  $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$  và giải Công thức (8) được Công thức (9):

$$a^* = \frac{2 \cdot a^* + (k^2 \cdot w) / t_e}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (9)$$

## 7.5 Giới hạn tin cậy

Giới hạn dưới,  $a^<$ , và giới hạn trên,  $a^>$ , được tính sử dụng Công thức (10) và (11) (xem ISO 11929):

$$a^< = a - k_p \cdot u(a) ; p = \omega \cdot (1 - \gamma / 2) \quad (10)$$

$$a^> = a + k_q \cdot u(a) ; q = 1 - \omega \cdot \gamma / 2 \quad (11)$$

Trong đó

$\omega = \Phi[y/u(y)]$ , với  $\Phi$  là hàm phân bố chuẩn

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

$$a^{<,>} = a \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(a) \quad (12)$$

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

## 8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải phù hợp với các yêu cầu trong TCVN ISO/IEC 17025 và phải bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Nhận dạng đầy đủ mẫu
- Đơn vị tính mà kết quả biểu thị;
- Kết quả thử nghiệm,  $a \pm u(a)$  hoặc  $a \pm U$ , với giá trị  $k$  liên đới.

Thông tin bổ sung có thể được cung cấp như sau:

- Xác suất,  $\alpha, \beta$  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 trên đơn vị khối lượng,  $a$ , 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 hoạt độ trên đơn vị khối lượng,  $a$ , được so sánh với giới hạn phát hiện, kết quả của phép đo cần phải thể hiện  $\leq a^{\#}$  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 là phương pháp đo không phù hợp với mục đích của phép đo.
- Mọi thông tin có liên quan có thể ảnh hưởng đến kết quả.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

### Giải hấp plutoni

#### A.1 Nguyên lý

Chất đánh dấu phóng xạ,  $^{236}\text{Pu}$  hoặc  $^{242}\text{Pu}$  được thêm vào trong pha xử lý ban đầu này.

Phần mẫu thử được tro hóa từ 550 °C đến 600 °C và trong trường hợp này quá trình chiết plutoni không thể thực hiện nếu không có phá mẫu bằng nhiều axit (xem A.4.1).

Nếu phần mẫu thử đất không chứa chất hữu cơ, plutoni từ các hạt nóng hoặc plutoni cháy ở nhiệt độ cao, thì mẫu không nên tro hóa mà plutoni nên được chiết bằng cách phá mẫu dùng axit nitric (xem A.4.2).

#### A.2 Thuốc thử

A.2.1 Dung dịch đánh dấu  $^{236}\text{Pu}$  hoặc  $^{242}\text{Pu}$  đã được chứng nhận.

A.2.2 Axit clohydric, đậm đặc,  $c(\text{HCl}) = 12,0 \text{ mol/L}$ ,  $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$ , phần khối lượng  $w(\text{HCl}) = 37 \%$ .

A.2.3 Axit nitric, đậm đặc,  $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/L}$ ,  $\rho = 1,40 \text{ g/mL}$ , phần khối lượng  $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$ .

A.2.4 Axit nitric, loãng,  $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/L}$ .

A.2.5 Hydro peroxit,  $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$ .

A.2.6 Natri nitrit ( $\text{NaNO}_2$ ).

A.2.7 Axit flohydric, đậm đặc,  $c(\text{HF}) = 22,6 \text{ mol/L}$ ,  $\rho = 1,13 \text{ g/mL}$ , phần khối lượng  $w(\text{HF}) = 48 \%$  đến 51 %.

A.2.8 Axit oxalic.

A.2.9 Axit nitric, loãng,  $c(\text{HNO}_3) = 4 \text{ mol/L}$ .

A.2.10 Canxi nitrat.

A.2.11 Amoni hydroxit ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )

A.2.12 Dung dịch sắt clorua ( $\text{FeCl}_3$ )

A.2.13 Natri hydroxyt ( $\text{NaOH}$ )

A.2.14 Axit clohydric, loãng,  $c(\text{HCl}) = 9,0 \text{ mol/L}$ .

#### A.3 Thiết bị, dụng cụ

A.3.1 Thiết bị phòng thử nghiệm tiêu chuẩn

**A.3.2 Cân phân tích, chính xác đến 0,1 mg.**

**A.3.3 Bếp điện**

**A.3.4 Máy ly tâm và ống ly tâm**

**A.3.5 Lò nung.**

**A.3.6 Chén nung**

**A.3.7 Cốc mó, Teflon<sup>2)</sup>**

## **A.4 Quy trình**

### **A.4.1 Phá mẫu bằng nhiều axit**

Quy trình này, dựa trên một chu kỳ ngâm chiết axit và sấy khô bay hơi, bao gồm các bước sau :

- a) Cân khoảng 0,1 g đến 15 g mẫu thử đã được chuẩn bị theo TCVN 10758-2 (ISO 18589-2). Khối lượng của phần mẫu thử tùy thuộc vào hoạt độ dự đoán của mẫu và giới hạn phát hiện yêu cầu.
- b) Tro hóa phần mẫu thử từ 550 °C đến 600 °C trong ít nhất 5 h; để nguội trong chén nung (A.3.6)
- c) Chuyển mẫu vào cốc thủy tinh và thêm chính xác 10 mL HNO<sub>3</sub> loãng (A.2.4) trên gam mẫu và khuấy.
- d) Đợi một ngày.
- e) Thêm dung dịch đánh dấu <sup>236</sup>Pu hoặc <sup>242</sup>Pu (A.2.1) và và làm đồng nhất bằng cách khuấy.
- f) Thêm từ từ 150 mL HNO<sub>3</sub> đậm đặc (A.2.3) và 50 mL HCl đậm đặc (A.2.2).
- g) Đun trong 1 h, vừa đun vừa khuấy.
- h) Làm nguội đến nhiệt độ phòng.
- i) Gạn phần chất lỏng vào cốc khác và giữ lại.
- j) Lặp lại bước e) đến h) kết hợp phần dung dịch lỏng với dung dịch bảo quản và làm bay hơi đến khô kiệt.
- k) Chuyển đất còn lại vào bình Teflon (A.3.7) có sẵn 30 mL HNO<sub>3</sub> đậm đặc (A.2.3), thêm 15 mL HF (A.2.7) và làm bay hơi đến khô kiệt.
- l) Thêm 30 mL HNO<sub>3</sub> đậm đặc (A.2.3) và 30 mL HF (A.2.7). Làm bay hơi đến khô kiệt.
- m) Thêm 5 mL HNO<sub>3</sub> đậm đặc (A.2.3) và 1 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (A.2.5). Làm bay hơi đến khô kiệt.
- n) Thêm 20 mL HNO<sub>3</sub> đậm đặc (A.2.3) trong 5 mL tổng số, sấy khô từng phần thử.
- o) Chuyển chất rắn còn lại vào ống ly tâm (A.3.4) sử dụng HNO<sub>3</sub> (A.2.4). Ly tâm và lắc đều dung dịch này với chất lỏng giữ lại ở bước h).

<sup>2)</sup> Teflon<sup>TM</sup> là ví dụ về sản phẩm có bán sẵn trên thị trường. Thông tin này đưa ra chỉ tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không phải là xác nhận của tiêu chuẩn về sản phẩm này.

p) Lập lại bước n) hai lần với 50 mL  $\text{HNO}_3$  (A.2.4).

q) Làm bay hơi hỗn hợp dung dịch đến gần khô kiệt và hòa tan trong 50 mL  $\text{HNO}_3$  (A.2.4).

Phần thử đã sẵn sàng để tiến hành tách hóa phóng xạ.

**CHÚ THÍCH:** Có thể sử dụng phần thử lớn hơn, nhưng cần phải có bước cuối cùng kết tủa plutoni để tránh những cản trở với nguyên tố bền vững mà cần phải loại bỏ trước khi tách hóa phóng xạ. Việc kết tủa này gồm thêm  $\text{FeCl}_3$  vào dung dịch sau khi phá mẫu và kết tủa sắt khi thêm amoni đến pH 10. Phần nổi phía trên được gạn và phân tích tiếp tục với kết tủa sắt có chứa plutoni và các actinid khác.

Quá trình dung dịch hóa cũng có thể được thực hiện bằng cách phá mẫu dùng lò vi sóng. Các điều kiện vận hành đối với từng hệ thống cần phải được điều chỉnh với từng loại thiết bị và đặc tính của mẫu đất được phá.

#### **A.4.2 Phá mẫu bằng axit nitric**

Quy trình này được dựa trên một chu kỳ ngâm chiết axit và làm bay hơi.

- Cân khoảng 0,1 g đến 15 g mẫu thử đã được chuẩn bị theo TCVN 10758-2 (ISO 18589-2). Khối lượng của phần mẫu thử tùy thuộc vào hoạt độ dự đoán của mẫu và giới hạn phát hiện yêu cầu.
- Thêm chính xác 10 mL  $\text{HNO}_3$  (A.2.4) trên gam mẫu.
- Thêm dung dịch đánh dấu  $^{236}\text{Pu}$  hoặc  $^{242}\text{Pu}$  (A.2.1) và làm đồng nhất bằng cách khuấy.
- Phá mẫu trên bếp điện (A.3.3) trong ít nhất 8 h và liên tục thêm  $\text{H}_2\text{O}_2$  (A.2.5). Để nguội.
- Chuyển chất rắn còn lại vào ống ly tâm (A.3.4) và tách chất rắn ra khỏi pha lỏng. Phần nổi phía trên được bảo quản.

**CHÚ THÍCH 1** Thay cho ly tâm phần thử, có thể lọc bằng cách dùng cái lọc làm bằng sợi thủy tinh.

- Tráng cốc bằng  $\text{HNO}_3$  (A.2.4), gộp vào ống giống nhau (A.3.4), khuấy và ly tâm. Thêm phần nổi vào chất lỏng giữ lại ở bước e). Lập lại quy trình cho đến khi phần nổi trong.
- Làm bay hơi phần nổi đến khô kiệt.
- Thêm 50 mL  $\text{HNO}_3$  (A.2.4).
- Thêm 0,6 g  $\text{NaNO}_2$  (A.2.6), đun nóng để loại bỏ khí nitơ và để nguội.

Phần thử đã sẵn sàng để tiến hành tách hóa phóng xạ.

**CHÚ THÍCH:** Có thể sử dụng phần thử lớn hơn, nhưng cần phải có bước cuối cùng kết tủa plutoni để tránh những cản trở với nguyên tố bền vững mà cần phải loại bỏ trước khi tách hóa phóng xạ. Việc kết tủa này gồm thêm  $\text{FeCl}_3$  vào dung dịch sau khi phá mẫu và kết tủa sắt khi thêm amoni đến pH 10. Phần nổi phía trên được gạn và tiếp tục phân tích với kết tủa sắt có chứa plutoni và các actinid khác.

Quá trình dung dịch hóa cũng có thể được thực hiện bằng cách phá mẫu dùng lò vi sóng. Các điều kiện vận hành đối với từng hệ thống cần phải được điều chỉnh với từng loại thiết bị và đặc tính của mẫu đất được phá.

**A.4.3 Kết tủa plutoni và americi**

Ngoài plutoni khi americi được đo trong cùng phần thử khối lượng lớn, quy trình kết tủa riêng cần phải tiến hành như sau:

- a) Khi việc ngâm chiết đã hoàn tất, thêm 50 g axit oxalic (A.2.8) và 200 mg Ca dạng nitrat (A.2.10).
- b) Kết tủa bằng  $\text{NH}_4\text{OH}$  (A.2.11) đến pH bằng 2,5. Bước này cho phép cùng kết tủa Pu bằng canxi oxalat và tách sắt và các cation khác vì quá trình kết tủa ở pH rất thấp.
- c) Hệ thống được duy trì ở 90 °C trong khi khuấy trong 6 h và sau đó để các tinh thể phát triển qua đêm.
- d) Phần dịch nổi phía trên được chuyển sang cốc và kết tủa được bảo quản.
- e) Thêm 200 mg Ca (A.2.10) vào phần nổi và lặp lại bước trước đó.
- f) Kết tủa cuối cùng được hòa tan bằng  $\text{HNO}_3$  (A.2.4) và sau đó được chuyển vào bình 250 mL.
- g) Làm bay hơi trên bếp điện (A.3.3) đến khô kiệt và loại bỏ hoàn toàn oxalat.
- h) Khi oxalat được loại bỏ, hoàn tan trong  $\text{HNO}_3$  (A.2.9) và thêm 50 mg Fe trong dung dịch  $\text{FeCl}_3$  (A.2.12). Sau đó kết tủa bằng  $\text{NaOH}$  (A.2.13) đến pH bằng 12.
- i) Lọc và loại bỏ phần nổi phía trên.
- j) Hòa tan kết tủa bằng  $\text{HCl}$  (A.2.14)
- k) Làm bay hơi đến khô kiệt.
- l) Thêm 50 mL  $\text{HNO}_3$  (A.2.4).
- m) Thêm 0,6 g  $\text{NaNO}_2$  (A.2.6), đun nóng để loại khói nitơ và để dung dịch nguội.

Phần mẫu thử đã sẵn sàng để tiến hành phân tách hóa phóng xạ.

## Phụ lục B

(Tham khảo)

### Phân tách hóa học plutoni dùng dung môi hữu cơ

#### B.1 Nguyên lý

Đồng vị plutoni được chiết ra khỏi dung dịch mẫu, trong môi trường nitric (1 mol/L đến 10 mol/L) sử dụng chất trao đổi cation hữu cơ (HDEHP) sau khi điều chỉnh đến hóa trị IV. Làm tinh khiết pha hữu cơ được hoàn tất bằng cách rửa dung dịch trong HCl 6 mol/l. Cuối cùng, plutoni được chiết lần nữa trong môi trường nước sử dụng hỗn hợp HCl và KI 6 mol/l.

#### B.2 Thuốc thử

**B.2.1 Dung dịch HDEHP** [di (2 etyexyl) hydro phosphat]. 145 mL HDEHP trong 855 mL heptan.

Đảm bảo rằng thuốc thử được tinh khiết bằng cách rửa với cùng thể tích nước sao cho pH sau thao tác này phải lớn hơn 3.

**B.2.2 Heptan** ( $C_7H_{16}$ )

**B.2.3 Axit clohydric**, loãng,  $c(HCl) = 6 \text{ mol/L}$ .

**B.2.4 Kali iodua (KI)**, tinh thể.

**B.2.5 Axit nitric**, loãng,  $c(HNO_3) = 4 \text{ mol/L}$ .

**B.2.6 Natri nitrit** ( $NaNO_2$ ), tinh thể.

#### B.3 Thiết bị, dụng cụ

**B.3.1 Thiết bị phòng thử nghiệm tiêu chuẩn**

**B.3.2 Cân**, chính xác đến 0,1 mg

**B.3.3 Máy cô quay hoặc bếp điện**

**B.3.4 Phễu tách**, phù hợp với thể tích được xử lý.

**B.3.5 Máy khuấy**, tự động dùng cho phễu tách

#### B.4 Quy trình

Quy trình này được tiến hành sau khi phá mẫu được mô tả trong Phụ lục A bao gồm 3 bước chính: chiết, rửa pha hữu cơ và chiết lại đồng vị plutoni.

**B.4.1 Chiết plutoni**

Quy trình này bao gồm các bước sau:

- Lấy phần nhỏ hoặc tất cả dung dịch cần phân tích cần được làm sạch [nếu không, pha loãng với  $\text{HNO}_3$  (B.2.5)].
- Điều chỉnh plutoni đến trạng thái oxy hóa IV bằng cách thêm vài miligam  $\text{NaNO}_2$  (B.2.6).
- Để phản ứng trong 10 min.
- Chuyển dung dịch này vào phễu tách và để cân bằng bằng cách khuấy nhẹ trong 15 min với cùng thể tích HDEHP pha loãng đến 15 % bằng heptan (B.2.2).

**B.4.2 Rửa pha hữu cơ**

Quy trình này bao gồm các bước sau:

- Khi đã lắng, loại bỏ pha nước.
- Rửa pha hữu cơ bằng cùng thể tích  $\text{HCl}$  (B.2.3) trong 5 min.
- Để lắng và bỏ pha nước. Lặp lại thao tác này cho đến khi dung dịch biến màu hoàn toàn (để loại bỏ sắt).

**B.4.3 Chiết lại plutoni trong pha nước**

Quy trình này bao gồm các bước sau:

- Thêm 25 mL  $\text{HCl}$  (B.2.3) và 500 mg  $\text{KI}$  (B.2.4) vào pha hữu cơ và chiết lại plutoni trong pha nước bằng cách khuấy nhẹ trong 15 min.
- Để cho dung dịch lắng.
- Chuyển pha nước vào phễu tách thứ hai (B.3.4).
- Rửa trong 5 min bằng cùng thể tích heptan (B.2.2) để loại bỏ các vết HDEHP.
- Thu lấy pha nước vào bình dung tích 100 mL.



## Phụ lục C

(Tham khảo)

### Tách hóa học plutoni trên hạt nhựa anion

#### C.1 Nguyên lý

Đồng vị plutoni được tách ra khỏi các nuclit phóng xạ khác và tách ra khỏi nền mẫu đất trong một phức anion sử dụng nhựa thể ion trong một cột với môi trường axit clohydric hoặc nitric.

#### C.2 Thuốc thử

C.2.1 Axit clohydric, đậm đặc,  $w(\text{HCl}) = 37\%$

C.2.2 Axit nitric, đậm đặc,  $w(\text{HNO}_3) = 65\%$ .

C.2.3 Amoni, đậm đặc,  $w(\text{NH}_4\text{OH}) = 25\%$

C.2.4 Natri nitrit ( $\text{NaNO}_2$ )

C.2.5 Nhựa anion, 1X8, 100/200 mesh

C.2.6 Axit nitric, loãng,  $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/L}$

C.2.7 Axit clohydric, loãng,  $c(\text{HCl}) = 8 \text{ mol/L}$ .

C.2.8 Amoni clorua  $c(\text{NH}_4\text{OH})\text{Cl} = 0,2 \text{ mol/L}$  trong axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$

#### C.3 Thiết bị, dụng cụ

C.3.1 Thiết bị phòng thử nghiệm tiêu chuẩn

C.3.2 Bếp điện

C.3.3 Cột, thủy tinh, 30 mL

#### C.4 Quy trình

Quy trình này được thực hiện, sau khi phá mẫu như mô tả trong Phụ lục A, và bao gồm hai bước chính: tách hóa học và rửa giải.

##### C.4.1 Tách plutoni

- Nhồi nhựa vào cột (C.2.5)
- Chuẩn bị dung dịch nitric (C.2.6)
- Chuyển nhựa thành dạng nitrat bằng cách cho qua 150 mL  $\text{HNO}_3$  (C.2.6) với tốc độ dòng khoảng 1 mL/min.

- d) Rót dung dịch Pu vào đỉnh cột
- e) Rửa cột và cốc bằng các phần  $\text{HNO}_3$  (C.2.6), tới 150 mL ở tốc độ dòng khoảng 1 mL/min. Bỏ dung dịch rửa.
- f) Rửa cột bằng 80 mL  $\text{HCl}$  (C.2.7). Gạn bỏ dung dịch rửa.

#### **C.4.2 Rửa giải plutoni**

- a) Đặt cốc sạch dưới cột.
- b) Rửa giải Pu bằng 90 mL  $(\text{NH}_3\text{OH})\text{Cl}$  0,2 mol/l trong  $\text{HCl}$  2 mol/L (C.2.8) tại tốc độ dòng khoảng 0,5 mL/min.
- c) Làm bay hơi dung dịch rửa giải từ từ cho đến khi thể tích nhỏ hơn 25 mL và thêm 2 mL  $\text{HNO}_3$  đậm đặc (C.2.2).
- d) Nếu dự đoán có một lượng tương đối các actinid khác, cần tiến hành quy trình làm sạch dựa trên các bước sau:
  - 1) Làm bay hơi dung dịch rửa đến khô kiệt.
  - 2) Thêm 50 mL  $\text{HNO}_3$  (C.2.6).
  - 3) Thêm 0,6 g  $\text{NaNO}_2$  (C.2.4) và đun nóng để loại khói nitơ và để dung dịch nguội.
  - 4) Lặp lại quy trình từ C.4.1 để tách và rửa giải Pu.

**Phụ lục D**

(Tham khảo)

**Tách hóa học plutoni bằng nhựa đặc trưng****D.1 Nguyên lý**

Kỹ thuật này dựa trên chiết sắc ký chọn lọc Pu sử dụng nhựa có chứa chất chiết đặc trưng CMPO/TBP (ví dụ TRU-Spec®<sup>3)</sup>. Việc tách hóa học nhanh và thích hợp cho việc quan trắc các hoạt độ plutoni trong môi trường.

**D.2 Thuốc thử**

**D.2.1 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ )**, 3 mol/L có chứa nhôm nitrat,  $c[\text{Al}(\text{NO}_3)_3] = 0,5 \text{ mol/L}$ .

**D.2.2 Axit nitric**,  $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/L}$ , có chứa natri nitrat 0,1 mol/L,  $c(\text{NaNO}_2) = 0,1 \text{ mol/L}$ .

**D.2.3 Axit nitric đậm đặc**, ít nhất  $w(\text{HNO}_3) = 69 \%$ .

**D.2.4 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ )**, loãng, các nồng độ khác:

**D.2.4.1**  $c(\text{HNO}_3) = 3 \text{ mol/L}$ .

**D.2.4.2**  $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/L}$ .

**D.2.4.3**  $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$ .

**D.2.4.4**  $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/L}$ .

**D.2.5 Amoni thioxyanat**, loãng,  $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/L}$

**D.2.6 Axit ascorbic.**

**D.2.7 Sắt sunfamat**, 0,6 mol/L

**D.2.8 Hydro peroxit**,  $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$

**D.2.9 Axit clohydric**, đậm đặc,  $w(\text{HCl}) = 37 \%$

**D.2.10 Amoni oxalat**, loãng,  $c(\text{NH}_4\text{HC}_2\text{O}_4) = 0,1 \text{ mol/L}$ .

**D.3 Thiết bị, dụng cụ**

**D.3.1 Thiết bị phòng thử nghiệm tiêu chuẩn**

**D.3.2 Cân**, độ chính xác đến 0,1 mg

<sup>3)</sup> TRU-Spec® là một ví dụ về sản phẩm có bán sẵn. Thông tin này đưa ra chỉ tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là xác nhận của tiêu chuẩn về sản phẩm này.

**D.3.3 Máy cô quay hoặc bếp điện****D.3.4 Phễu tách, phù hợp với thể tích được xử lý****D.3.5 Máy lắc, dùng cho phễu tách****D.3.6 Cột nhồi nhựa, có chứa chất chiết CMPO/TBP (TRU-Spec®).****D.4 Quy trình**

Quy trình này được thực hiện, sau khi phá mẫu như mô tả trong Phụ lục A, và bao gồm hai bước chính: chiết và rửa giải plutoni.

**D.4.1 Chiết plutoni**

Quy trình bao gồm các bước sau:

- Làm bay hơi dung dịch được phân tích đến khô kiệt.
- Thêm 10 mL  $\text{HNO}_3$  3 mol/L trong  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0,5 mol/L (D.2.1). Hòa tan kết tủa.
- Thêm một vài giọt  $\text{NH}_4\text{SCN}$  (D.2.5). Nếu dung dịch chuyển thành màu đỏ, thêm axit ascorbic (D.2.6) cho đến khi màu đỏ biến mất; sau đó đun và để dung dịch nguội.
- Lặp lại bước c) nếu việc không hòa tan hết.
- Thêm 1 mL sắt sunfat (D.2.7); khuấy cho đến khi hòa tan hết.
- Thêm 0,1 g axit ascorbic (D.2.6), đun nóng cho đến khi toàn bộ hòa tan và để cho nguội.
- Lắp cột CMPO/TBP (TRU-Spec®) (D.3.6).
- Chuẩn bị nhựa bằng cách cho chúng qua 25 mL  $\text{HNO}_3$  3 mol/l có chứa  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0,5 mol/L (D.2.1) với tốc độ dòng khoảng 1 mL/min.
- Rót dung dịch Pu lên trên đỉnh của cột (D.3.6).
- Rửa cốc bằng 5 mL  $\text{HNO}_3$  (D.2.4.1), 5 mL  $\text{HNO}_3$  2 mol/l có chứa 0,1 mol/l  $\text{NaNO}_2$  (D.2.2) và 5 mL  $\text{HNO}_3$  (D.2.4.4). Gạn bỏ dung dịch rửa.

**D.4.2 Rửa giải plutoni**

Quy trình bao gồm các bước sau:

- Đặt cốc sạch dưới cột.
- Rửa giải Pu bằng 20 mL  $\text{NH}_4\text{HC}_2\text{O}_4$  (D.2.10).
- Làm bay hơi dung dịch rửa giải đến khô kiệt. Kết tủa trắng là oxalat.

**D.4.3 Phân hủy oxalat**

Quy trình bao gồm các bước sau:

- Thêm 1 mL  $\text{HNO}_3$  69 % (D.2.3) và năm giọt  $\text{H}_2\text{O}_2$  30 % (D.2.8), để đến khô kiệt.

**TCVN 10758-4:2016**

- b) Thêm 1 mL  $\text{HNO}_3$  69 % (D.2.3) và 1 mL  $\text{HCl}$  37 % (D.2.9), để đến khô kiệt.
- c) Thêm 1 mL  $\text{HNO}_3$  69 % (D.2.3) để đến khô kiệt.
- d) Lặp lại bước c) cho đến khi kết tủa biến mất.
- e) Hòa tan trong 4 mL  $\text{HNO}_3$  (D.2.4.3).

## Phụ lục E

(Tham khảo)

### Chuẩn bị nguồn bằng lắng điện phân

#### E.1 Nguyên lý

Áp dụng điện thế khác nhau giữa hai điện cực sử dụng nguồn điện một chiều dẫn đến khử các cation kim loại hòa tan trong chất điện giải. Quá trình khử xảy ra tại điện cực dẫn đến tạo ra lắng đọng các hydroxyt actinit.

#### E.2 Thuốc thử

**E.2.1 Axit nitric**, đậm đặc,  $w(\text{HNO}_3) = 65\%$ .

**E.2.2 Natri sunphat**,  $c(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 0,3 \text{ mol/L}$ .

**E.2.3 Axit sunphuric**, đậm đặc,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95\%$  đến  $97\%$

**E.2.4 Thymol xanh**,  $0,04\%$ .

**E.2.5 Amoni**, đậm đặc,  $w(\text{NH}_4\text{OH}) = 25\%$

**E.2.6 Axit sunphuric**, loãng,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\%$ .

**E.2.7 Amoni hydroxyt**, loãng,  $w(\text{NH}_4\text{OH}) = 1\%$ .

#### E.3 Thiết bị, dụng cụ

**E.3.1 Thiết bị lắng đọng điện**, bao gồm

- Ngăn điện phân làm bằng thủy tinh hoặc polyetylen;
- Dây platin (anot);
- Khay hoặc đĩa làm bằng thép không gỉ (catot) có đường kính phù hợp với ngăn điện phân.
- Nguồn điện một chiều;
- Bếp điện;
- Đĩa Petri.

#### E.4 Quy trình

**E.4.1 Lắp đặt ngăn điện phân**

Quy trình này đề cập đến thiết bị lắng điện phân được thiết kế cho lắng đọng lên đĩa thép không gỉ có đường kính nhỏ (xem Hình E.1). Qui trình lắng điện phân đối với các loại thiết bị này được tiến hành như sau:

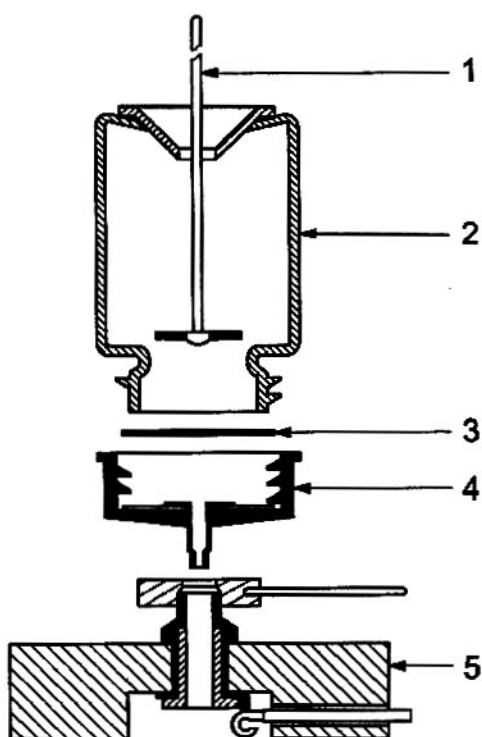
- a) Đặt đĩa thép không gỉ sạch và không có dầu [E.3.1 c)] vào nắp đồng bộ.
- b) BẮT vít ngăn điện phân [E.3.1 a)] với nắp đồng bộ.
- c) Nạp đầy ngăn điện phân bằng nước để kiểm tra rò rỉ.
- d) Đổ hết nước ở ngăn điện phân.
- e) Cố định dây platin [E.3.1 b)] theo hướng vuông góc với giá đỡ.
- f) Kẹp đầu thấp của dây với mặt tiếp xúc của đĩa hỗ trợ; khoảng cách giữa dây và đĩa khoảng 3 mm.

#### **E.4.2 Chuẩn bị lắng đọng**

Sử dụng dung dịch chuẩn bị thu được ở pha làm sạch (C.4.2), pha chiết lại plutoni (B.4.3) hoặc pha phân hủy oxalat (D.4.3), tiến hành các thao tác sau:

- a) Làm bay hơi đến gần khô kiệt, chú ý tránh làm bay hơi mẫu đến khô kiệt hoàn toàn.
- b) Thêm 1 mL  $\text{HNO}_3$  đậm đặc (E.2.1) và làm bay hơi đến gần khô kiệt. Lặp lại bước này 3 lần.
- c) Thêm 1 mL  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  0,3 mol (E.2.2) và làm bay hơi đến khô kiệt.
- d) Thêm 500  $\mu\text{L}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  95 % đến 97 % (E.2.3).
- e) Thêm 10 mL nước cất và 3 giọt thymol xanh 0,04 % (E.2.4) và khuấy.
- f) Điều chỉnh pH đến khoảng từ 2,1 đến 2,3 bằng cách thêm amoni đậm đặc (E.2.5) (thay đổi từ màu đỏ sang da cam).
- g) Đưa dung dịch này vào ngăn điện phân [E.3.1 a)]
- h) Tráng cốc bằng  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 % (E.2.6) để pH được điều chỉnh trước đó đến 2,3 và thêm dung dịch này vào ngăn điện phân.
- i) Lắp đặt anot và tiến hành lắng điện phân tại dòng điện không đổi (khoảng 1,0 A) trong khoảng 1 h.
- j) Khi còn 1 min trước khi bộ phát tắt, thêm 1 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 % (E.2.5).
- k) Đợi 1 min, tháo bỏ anot trước khi bộ phát tắt và nhanh chóng đổ hết dung dịch trong ngăn điện phân.
- l) Tháo dỡ thiết bị, tráng đĩa bằng nước, sau đó bằng  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 % (E.2.7), và sấy khô trong không khí nóng hoặc trên bếp điện [E.3.1 e)].
- m) Nhận dạng đĩa và đặt đĩa vào trong đĩa petri làm bằng nhựa [E.3.1 f)]

Nguồn đã sẵn sàng để đo phổ alpha.

**CHÚ DẪN:**

- 1 Anot
- 2 Lò chất nhấp nháy
- 3 Khay
- 4 Nắp đồng bộ
- 5 Giá đỡ

**Hình 1 – Sơ đồ ngăn lẳng điện phân**



## Phụ lục F

(Tham khảo)

### Chuẩn bị nguồn bằng cách lắng đọng

#### F.1 Nguyên lý

Đồng vị plutoni được thu hồi bằng cách lắng đọng sử dụng lantan florua.

#### F.2 Hóa chất thuốc thử

F.2.1 Axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/L}$ .

F.2.2 Amoni, đậm đặc,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 25 \%$

F.2.3 Lantan oxit: 99,999 %.

F.2.4 Dung dịch A: 29 mg lantan oxit (F.2.3) hòa tan trong 100 mL HCl (F.2.1).

#### F.3 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị được dùng cho phương pháp lắng đọng nói chung cần bao gồm:

F.3.1 Màng lọc, xelulo este (đường kính lỗ:  $0,22 \mu\text{m}$ ).

F.3.2 Khay hoặc đĩa thép không gỉ, có đường kính phù hợp với máy đo phổ.

F.3.3 Hệ thống lọc

#### F.4 Quy trình

Sử dụng dung dịch đã chuẩn bị ở pha làm sạch (C.4.2), pha chiết lại plutoni (B.4.3) hoặc pha phân hủy oxalat (D.4.3), tiến hành các thao tác sau:

- Điều chỉnh pH đến 1,9 bằng cách thêm  $\text{NH}_4\text{OH}$  (F.2.2).
- Thêm một lượng tương đương 250  $\mu\text{g}$  lantan cho diện tích lắng đọng  $20 \text{ cm}^2$  (nghĩa là 1 mL dung dịch A, F.2.4).
- Khuấy, sau đó để lắng trong 10 min.
- Thu hồi kết tủa bằng cách lọc qua màng lọc dùng chân không nhẹ và thu chất lắng đọng còn lại trên thành của cốc, bằng cách dùng nước tráng.
- Để kết tủa khô ngoài không khí, sau đó gắn màng (F.3.1) với khay hoặc đĩa thép không gỉ (F.3.2).

Nguồn đã sẵn sàng để đo phổ alpha.

### Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AIEA Technical Report No. 295, *Measurements of radionuclides in food and the environment*, 1989  
LOVETT, M.B., BOGGIS, S.J., BLOWERS, P., The determination of alpha-emitting nuclides of plutonium, americium and curium in environmental materials: Part 1. Sea water Aquatic environment protection: *Analytical methods*, No. 7, MAFF, Directorate of Fisheries Research, Lowestoft (G.B.), 1991
- [2] NUREG-1576, EPA 402-B-04-001A, NTIS PB2004-105421, Multi-Agency Radiological Laboratory Analytical Protocols Manual (MARLAP), 2005
- [3] CLEVELAND, J.M., *The Chemistry of Plutonium*, American Nuclear Society, 1979
- [4] NF M 60-790-8, Énergie nucléaire — Mesure de la radioactivité dans l'environnement — Sol. Partie 8: Méthodes de mesure des isotopes du plutonium (plutonium 238 and plutonium 239+240) dans les échantillons de sol, 1999
- [5] U.S. Department of Energy, The Procedures Manual of the Environmental Measurements Laboratory, HASL-300, 1999
- [6] HORWITZ, E.P., *New Chromatographic Materials for Determinations of Actinides, Strontium, and Technetium in Environmental, Bioassay, and Nuclear Waste Samples*, 1993
- [7] HORWITZ, E.P., *et al.*, Separation and Preconcentration of Actinides from Acidic Media by Extraction Chromatography, *Analytica Chimica Acta*, Vol. 281, pp. 361-372, 1993
- [8] HALLSTADJUS, L., A Method for the Electrodeposition of Actinides, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 223, 1984
- [9] TALVITIE, N.A., Electrodeposition of Actinides for Alpha Spectrometric Determination, *Analytical Chemistry*, Vol. 44, No. 2, 1972
- [10] 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
- [11] 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
- [12] 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)
- [13]