

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10756:2016

ISO 13161:2011

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC - ĐO NỒNG ĐỘ HOẠT ĐỘNG POLONI
210 TRONG NƯỚC BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ ALPHA**

Water quality -

Measurement of polonium 210 activity concentration in water by alpha spectrometry

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 10756:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 13161:2011.

TCVN 10756:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 147 *Chất lượng nước* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Hiện nay, có nhiều kỹ thuật khác nhau để đo nồng độ hoạt độ ^{210}Po trong nước: phương pháp phổ alpha, đếm nhấp nháy lỏng, đếm tỉ lệ alpha.

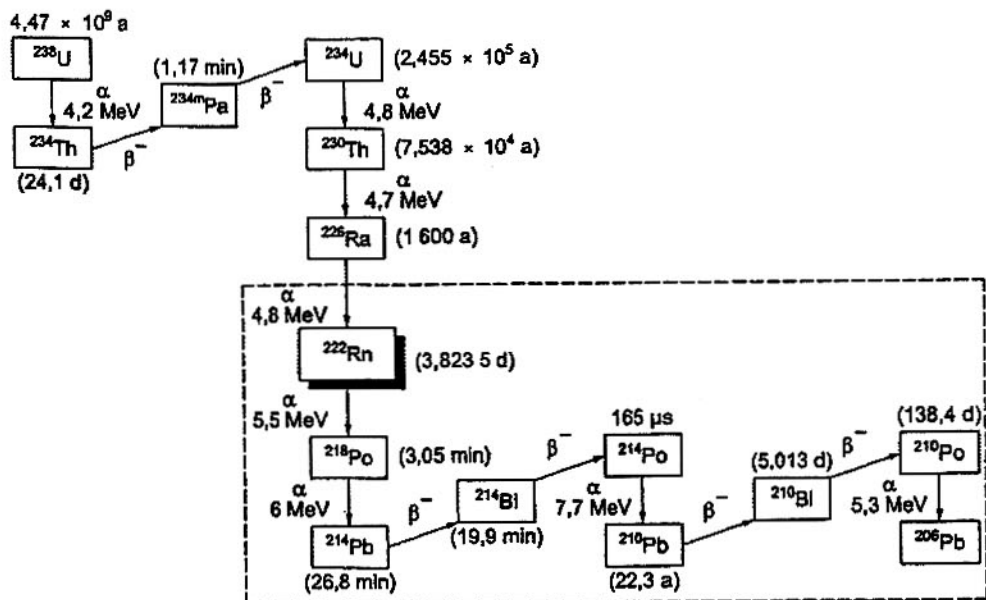
Tiêu chuẩn này đưa ra phương pháp đo nồng độ hoạt độ ^{210}Po trong nước tự nhiên bằng phương pháp phổ alpha.

Poloni 210 (^{210}Po) là một nhân phóng xạ tự nhiên phát tia alpha có thời gian bán rã bằng 138 ngày. Poloni xuất hiện trong dãy urani 238 (^{238}U) tự nhiên (xem Hình 1). Poloni là một sản phẩm phân rã sống dài của radon 222 (^{222}Rn) qua chì 210 (^{210}Pb) (xem Tài liệu tham khảo [5] đến [9]).

Biện pháp phòng ngừa được yêu cầu khi xử lý vật liệu phóng xạ ví dụ như các đồng vị poloni.

Khoảng nồng độ hoạt độ của ^{210}Po , ví dụ trong nước uống nói chung là rất thấp, thường nằm trong khoảng từ 1 mBq L^{-1} đến 30 mBq L^{-1} .

Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại nước, kể cả nước biển và thường áp dụng để đo nồng độ hoạt độ ^{210}Po lớn hơn hoặc bằng 5 mBq L^{-1} .



CHÚ THÍCH: ^{206}Pb bền.

Hình 1 – Urani 238 và các sản phẩm phân rã của urani-238

Chất lượng nước - Đo nồng độ hoạt độ poloni 210 trong nước bằng phương pháp phổ alpha

Water quality - Measurement of polonium 210 activity concentration in water by alpha spectrometry

CẢNH BÁO – 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 thực hành về an toàn, sức khỏe phù hợp với các qui định của quốc gia.

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

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo nồng độ hoạt độ ^{210}Po bằng phương pháp phổ alpha trong tất cả các loại nước tự nhiên.

Giới hạn phát hiện của phương pháp này tùy thuộc vào thể tích mẫu, thời gian đếm, tốc độ đếm phòng nền và hiệu suất phát hiện. Trong trường hợp nước uống, phân tích thường được tiến hành trên mẫu thô, không lọc hoặc xử lý sơ bộ khác.

Nếu phải loại bỏ hoặc phân tích chất lơ lửng, nên lọc với cỡ lỗ 0,45 μm . Phân tích phần không hòa tan đòi hỏi các bước làm khoáng hóa sẽ không được đề cập trong tiêu chuẩn này (xem NF M 60-790-4⁽⁴⁾). Trong trường hợp này, tiến hành phép đo trên các pha thu được khác nhau. Hoạt độ cuối cùng là tổng của tất cả các nồng độ hoạt độ đo được.

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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thử nghiệm.*

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

TCVN 10756:2016

TCVN 6663-3 (ISO 5667-3), *Chất lượng nước – Lấy mẫu. Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu.*

TCVN 7870-10 (ISO 80000-10), *Đại lượng và đơn vị – Phần 10: Nguyên tử và vật lý hạt nhân.*

TCVN 9595-3:2012 (ISO/IEC Guide 98-3:2008), *Độ không đảm bảo đo – Phần 3: Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo (GUM:1995).*

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

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 (Xác định các giới hạn đặc tính (ngưỡng quyết định, giới hạn phát hiện và giới hạn của khoảng tin cậy) đối với phép đo bức xạ ion hóa – Cơ sở và ứng dụng).*

3 Thuật ngữ, định nghĩa và ký hiệu

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ, định nghĩa và ký hiệu trong TCVN 7870-10 (ISO 80000-10) và các thuật ngữ sau:

3.1 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1.1

Dung dịch chuẩn được chứng nhận (certified reference solution)

Dung dịch có nồng độ đã biết có thể truy nguyên đến dung dịch chuẩn sơ cấp hoặc thứ cấp đã được chứng nhận về chuẩn hoạt độ phóng xạ.

3.1.2

Dung dịch đánh dấu (tracer solution)

Thường là chất chuẩn hoặc chuẩn thứ cấp, như ^{208}Po hoặc ^{209}Po , được dùng để xác định hiệu suất phân tích hóa học.

3.1.3

Chuẩn kiểm soát chất lượng (quality control standard)

Nguồn phóng xạ được dùng để chứng minh thiết bị đo được dùng có đảm bảo chức năng làm việc nằm trong giới hạn đã định hay không.

CHÚ THÍCH: Kiểm soát chất lượng thường được tiến hành bằng phép đo thường xuyên đối với một nguồn phóng xạ phù hợp với TCVN 9945-1 (ISO 7870-1)^[1], TCVN 9945-2 (ISO 7870-2)^[2] và ISO 7871^[3].

3.2 Ký hiệu, định nghĩa và đơn vị

A	Hoạt độ của chất đánh dấu được bổ sung	Bq
c_A	Nồng độ hoạt độ của ^{210}Po	Bq L ⁻¹
c_A^*	Ngưỡng quyết định	Bq L ⁻¹
$c_A^\#$	Giới hạn phát hiện	Bq L ⁻¹

c_A^d, c_A^p	Giới hạn trên và dưới của khoảng tin cậy	Bq L ⁻¹
R_c	Hiệu suất hóa học	1
R_T	Tổng hiệu suất	1
r_0	Tốc độ đếm phóng nền trong vùng quan tâm của ²¹⁰ Po	s ⁻¹
r_{0T}	Tốc độ đếm phóng nền trong vùng quan tâm của chất đánh dấu	s ⁻¹
r_g	Tốc độ đếm tổng mẫu trong vùng quan tâm của ²¹⁰ Po	s ⁻¹
r_T	Tốc độ đếm tổng mẫu trong vùng quan tâm của chất đánh dấu	s ⁻¹
t_0	Thời gian đếm phóng nền	s
t_g	Thời gian đếm mẫu	s
U	Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng $U = ku(c_A)$ với $k = 1, 2, \dots$	Bq L ⁻¹
$u(c_A)$	Độ không đảm bảo chuẩn của kết quả phép đo ban đầu	Bq L ⁻¹
V	Thể tích phần mẫu thử	l
ε	Hiệu suất đếm	1

4 Nguyên lý

4.1 Khái quát

Sau khi lấy mẫu, mẫu thử được xử lý để có được một lớp lắng đọng rất mỏng poloni trên đĩa kim loại, cho phép đo bằng phương pháp phổ alpha.

²¹⁰Po có thời gian bán rã bằng 138,376 d ± 0,002 d (xem Tài liệu tham khảo [11]).

Mẫu cần được phân tích càng sớm càng tốt để cho thấy nồng độ hoạt độ trong ngày lấy mẫu. Nếu thời gian từ khi lấy mẫu đến khi đo là dài, thì cần hiệu chỉnh nồng độ hoạt độ đo được và khi đó cần biết nồng độ hoạt độ của ²¹⁰Pb và ²¹⁰Bi của mẫu để điều chỉnh nồng độ hoạt độ ²¹⁰Po trong ngày lấy mẫu.

4.2 Xử lý

Các bước chính của việc xử lý mẫu là:

- Lọc nếu cần;
- Axit hóa bằng axit clohydric đậm đặc hoặc axit nitric và bổ sung một dung dịch đánh dấu poloni (²⁰⁸Po hoặc ²⁰⁹Po).

CHÚ THÍCH: Đồng vị poloni ²⁰⁸Po (phát bức xạ alpha 5,11 MeV) hoặc ²⁰⁹Po (phát bức xạ alpha 4,88 MeV) có thể được dùng làm chất đánh dấu vì gây nhiễu với ²¹⁰Po (phát bức xạ alpha 5,31 MeV) là nhỏ đối với những nguồn hiển thị độ phân giải tốt (< 50 keV FWHM); ²⁰⁹Po được ưa dùng hơn, nhưng có thể chấp nhận ²⁰⁸Po.

- Thêm tác nhân khử (ví dụ axit ascorbic);
- Tụ lắng đọng một lớp mỏng lên trên đĩa kim loại.

TCVN 10756:2016

Phép đo nồng độ hoạt độ cũng như xác định hiệu suất tổng được tiến hành bằng phổ alpha.

4.3 Nguyên lý của phương pháp phổ alpha

Lớp mỏng lắng đọng lên trên đĩa kim loại cho phép phát hiện hạt alpha. Tương tác của các hạt alpha với detector tạo ra dòng điện thay đổi (độ chệch) tỉ lệ với năng lượng của các hạt.

Các xung điện tạo ra bởi các detector được khuếch đại, và hiển thị như một phổ năng lượng nhờ bộ chuyển đổi tín hiệu tương tự-số (analogue-digital), máy phân tích đa kênh, và bộ xử lý máy tính. Phổ hiển thị cho phép nhân phóng xạ có trong nguồn được nhận biết và tổng số đếm cho phép xác định nồng độ hoạt độ của mẫu thử, có tính đến tốc độ đếm phòng nền và/hoặc mẫu trắng và hiệu suất tổng.

Phép thử trắng cần được tiến hành với cùng các loại thuốc thử, nhưng thay mẫu nước bằng nước phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696), loại 3 đã được sử dụng trước đó để chuẩn bị thuốc thử không có chất đánh dấu.

Để đảm bảo tính năng chấp nhận được của hệ thống detector, cần đo nguồn chuẩn kiểm soát chất lượng.

Hiệu suất hóa học của phép đo ^{210}Po được xác định bằng cách bổ sung chất đánh dấu phóng xạ. Hiệu suất tổng là sản phẩm của hiệu suất hóa học và hiệu suất phát hiện.

5 Thuốc thử và thiết bị

5.1 Thuốc thử

Trong quá trình xử lý hóa học và làm sạch đĩa kim loại, chỉ sử dụng thuốc thử đạt cấp phân tích đã được công nhận. Chỉ sử dụng thuốc thử với nồng độ ^{210}Po không thể đo được.

5.1.1 Nước, phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696), loại 3.

5.1.2 Dung dịch đánh dấu

Dung dịch đánh dấu ^{208}Po ($T_{1/2} = 1058,5$ ngày $\pm 0,7$ ngày) hoặc ^{209}Po ($T_{1/2} = 37\,300$ ngày $\pm 1\,800$ ngày) đã biết hoạt độ; chuẩn thêm vào được điều chỉnh theo nồng độ hoạt độ của ^{210}Po dự kiến trong mẫu thử (Tài liệu tham khảo [12] [13]).

Khi sử dụng ^{208}Po , sự phân rã của ^{208}Po cần phải được xem xét phù hợp với thông tin được đưa ra trên giấy chứng nhận hiệu chuẩn.

CHÚ THÍCH: Chu kỳ bán rã của ^{209}Po và độ không đảm bảo của ^{209}Po thường được dùng là $\pm 25\%$ thay cho $4,8\%$ tuân theo các cuộc khảo sát gần đây (Tài liệu tham khảo [14]).

5.1.3 Axit clohydric đậm đặc, 37 % theo khối lượng, hoặc axit nitric đậm đặc.

5.1.4 Axit clohydric loãng hoặc axit nitric loãng, để điều chỉnh pH tại thời điểm bắt đầu xử lý.

5.1.5 Axit ascorbic hoặc hydroxylamin clohydric

5.1.6 Etanol

5.2 Vật liệu chuẩn bị và xử lý

Vật liệu chuẩn bị phải phù hợp với phương pháp vận hành được dùng (Điều 7).

5.2.1 Thiết bị phòng thử nghiệm tiêu chuẩn, bao gồm cả vật liệu lọc, bếp điện, pH met hoặc giấy pH.

5.2.2 Cân phân tích chính xác

5.2.3 Máy khuấy

5.2.4 Thiết bị chuẩn bị lắng động lớp mỏng

5.2.5 Đĩa kim loại, làm bằng kim loại cho phép lắng động poloni (ví dụ thép không gỉ [loại 304 L], bạc, niken hoặc kim loại khác có đặc tính này).

5.3 Thiết bị đo phổ alpha

Việc đếm phổ alpha có thể được tiến hành bằng cách sử dụng buồng đếm ion hóa kê ô hoặc detector bán dẫn mỏng.

Thiết bị đo phổ cần có màn hình hiển thị phổ.

6 Lấy mẫu và xử lý mẫu

Điều quan trọng là phòng thử nghiệm nhận được mẫu thử càng sớm càng tốt.

Tiến hành lấy mẫu, xử lý và bảo quản như quy định theo TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) và TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).

7 Xử lý hóa học và quá trình lắng đọng

7.1 Yêu cầu chung

Thể tích mẫu thử có thể thay đổi; thể tích thông thường nằm trong khoảng từ 150 mL đến 2000 mL.

Khi cần, mẫu thử có thể được lọc qua cái lọc xốp cỡ lỗ 0,45 μm (nên dùng dụng cụ lọc một lần).

Axit hóa dịch lọc, tốt hơn nên dùng axit clohydric loãng (5.1.4) để đảm bảo pH của mẫu thử thấp hơn 1,5.

Cần thực hiện tất cả các biện pháp phòng ngừa hợp lý trong quá trình xử lý và lưu giữ mẫu thử để tránh sự nhiễm bẩn hoặc phân hủy.

Cần tiến hành kiểm tra xác nhận về sự nhiễm bẩn thuốc thử và các nhiễm bẩn còn lại trong thiết bị phân tích phải thấp hơn giới hạn phát hiện của phân tích và phải lập thành tài liệu (phân tích mẫu trắng).

Phân tích phải được thực hiện trong tủ hút.

CHÚ THÍCH: Nếu dùng phần mẫu thử có thể tích lớn, hoặc nếu tiến hành nghiên cứu đặc biệt, có thể cần làm giàu sơ bộ trước bước đầu tiên của xử lý hóa học, ví dụ có thể thêm Fe^{+3} để cùng kết tủa $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Nếu quá trình cùng kết tủa được sử dụng, thể tích của mẫu phân tích có thể lớn hơn và giới hạn phát hiện sẽ giảm cùng tỉ lệ.

TCVN 10756:2016

7.2 Xử lý hóa học

Lấy một thể tích nhỏ V từ mẫu thử, ví dụ 500 mL.

Điều chỉnh pH bằng axit clohydric đậm đặc hoặc axit nitric (5.1.3) để giảm pH xuống dưới 1,5. Thêm một lượng đã biết dung dịch đánh dấu (5.1.2) để có thể xác định hiệu suất hóa học không tạo ra độ không đảm bảo phép thử lớn và tránh nhiễm bẩn thiết bị phòng thử nghiệm. Lý tưởng thì ^{210}Po và các pic của các dung dịch đánh dấu có độ lớn như nhau (mục đích lý tưởng là thu được số đếm trong khoảng từ 400 đến 10000 trong pic dung dịch đánh dấu).

Ở giai đoạn này, bước làm giàu [làm khô bằng bay hơi và bổ sung axit clohydric loãng (5.1.4)] có thể được tiến hành bằng quá trình bay hơi chậm ở nhiệt độ thấp hơn 80 °C (để tránh thất thoát Po) đến khô kiệt và sau đó, thêm, ví dụ 20 mL HCl 6 mol/L.

Điều chỉnh thể tích của dung dịch đến khoảng 100 mL bằng nước (5.1.1).

Nồng độ cuối cùng của HCl nằm trong khoảng từ 0,1 mol/L đến 3 mol/L và nên thống nhất sử dụng nồng độ như nhau để duy trì độ lặp lại. Thể tích cuối cùng có thể thay đổi từ 50 mL đến 100 mL.

7.3 Làm sạch đĩa

Đĩa phải được làm sạch kỹ để loại bỏ lớp lắng đọng của các tạp chất hữu cơ, ví dụ dùng etanol; cũng có thể cần phải loại bỏ lớp cặn oxit trên bề mặt bằng axit clohydric loãng.

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp đĩa làm bằng bạc không được bảo vệ, cặn oxit và sunphua trên bề mặt có thể được loại bỏ bằng cách đánh bóng hoặc rửa bằng dung dịch amoni loãng.

Tráng đĩa bằng nước.

7.4 Pha lắng đọng

Chuyển dung dịch vào thiết bị lắng đọng (Phụ lục A) và thêm dư tác nhân khử, ví dụ 0,1 g axit ascorbic hoặc hydroxylamin clohydric (5.1.5).

Trong giai đoạn lắng đọng, đĩa kim loại làm xúc tác cho quá trình khử ploni từ Po^{+4} hoặc Po^{+2} về poloni kim loại. Việc bổ sung tác nhân khử trong dung dịch sẽ ngăn ngừa quá trình oxy hóa lại (và do vậy ngăn ngừa quá trình hòa tan lại) của poloni đã lắng đọng trên đĩa của bất kỳ chất oxy hóa nào có thể có trong dung dịch, ví dụ Fe^{+3} .

Dùng máy khuấy tự động khuấy dung dịch liên tục trong toàn bộ giai đoạn lắng đọng.

Động lực khử Po^{+4} hoặc Po^{+2} về poloni kim loại xảy ra chậm ở nhiệt độ phòng. Tốc độ lắng đọng có thể được đẩy nhanh bằng cách gia nhiệt dung dịch đến tối đa 90 °C, đảm bảo dung dịch luôn tiếp xúc với đĩa kim loại, không có nhiều bọt khí. Do vậy, nên giữ độ axit của dung dịch thấp để giảm thất thoát do bay hơi. Giai đoạn này phải đủ dài để hiệu suất lắng đọng tốt và chu kỳ thông thường được hoàn thành trong vòng 3 h.

Thêm cẩn thận axit ascorbic vì chúng có thể gây nhiễu với dung dịch đo phổ. Lượng cần thêm tùy thuộc vào lượng Fe có trong mẫu, đặc biệt khi sử dụng phương pháp cùng kết tủa $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Khi kết thúc, poloni lắng đọng thành nguồn mỏng trên đĩa. Rửa đĩa bằng nước (5.1.1) và đợi cho đến khi đĩa khô trước khi đo bằng phương pháp phổ alpha.

Tùy thuộc vào thiết bị lắng đọng được dùng (ví dụ treo đĩa trong dung dịch), điều quan trọng là chỉ lấy lớp lắng đọng trên một mặt của đĩa. Bọc một mặt đĩa bằng dải băng nếu cần.

8 Đo phổ alpha

8.1 Khái quát

Thời gian đếm tùy thuộc vào mục tiêu chất lượng của số liệu, độ không đảm bảo và giới hạn phát hiện cần đạt được.

8.2 Kiểm soát chất lượng

Phải đo nguồn kiểm soát chất lượng thiết bị (xem 3.1.3) để kiểm tra xác nhận xem thiết bị đo có đảm bảo tính năng này trong giới hạn đã định hay chưa (xem Tài liệu tham khảo [10]).

Một nguồn mỏng $^{239/240}\text{Pu}$ có thể được dùng cho mục đích này cũng như để ước tính hiệu suất phát hiện; phát xạ alpha nằm trong vùng năng lượng từ 5,10 MeV đến 5,20 MeV, và không có phân rã đáng kể trong khoảng thời gian làm việc của nguồn.

Hiệu suất hóa học của quá trình có thể được tính theo Công thức (1):

$$R_C = \frac{R_T}{\varepsilon} \quad (1)$$

Xem 3.2 về các định nghĩa của các ký hiệu. Nói chung, hiệu suất hóa học thu được lớn hơn 90 %.

- Tốc độ đếm phòng nền của từng detector được xác định với một nguồn hỗ trợ trống (đĩa sạch); Việc này kéo dài ít nhất bằng thời gian đếm của một mẫu.

CHÚ THÍCH: Thời gian tối ưu để đo nguồn phòng nền có thể bằng với đo nguồn có hoạt độ rất thấp (xem Tài liệu tham khảo [12]).

- Phép phân tích mẫu trắng [ví dụ phân tích tiến hành với nước (5.1.1) không chứa giá trị ^{210}Po mà có thể phát hiện được và không thêm dung dịch đánh dấu (5.1.2)] cần phải được so sánh với tổng giá trị phòng nền thu được từ cùng detector. Giá trị này cần phải được so sánh với giá trị phòng nền đo được từ nguồn hỗ trợ trống (đĩa sạch) trong vùng năng lượng của ^{210}Po và của chất đánh dấu để đảm bảo rằng không có sự nhiễm bản thuốc thử hoặc thiết bị phòng thử nghiệm.
- Giá trị phòng nền của detector là r_0 . Giá trị "mẫu trắng" lớn hơn đáng kể r_0 chứng tỏ có poloni trong thuốc thử và/hoặc trong thiết bị, hoặc có nhiễm bản chéo.

8.3 Đo

Nguồn được đo dùng buồng ion hóa chia ô hoặc detector bán dẫn (Xem Phụ lục B).

9 Biểu thị kết quả

9.1 Khái quát

Xem 3.2 về các định nghĩa ký hiệu được dùng dưới đây.

Kết quả đo nồng độ hoạt độ, tính theo Becquerel trên lít, gắn với độ không đảm bảo được trình bày trong báo cáo thử nghiệm. Hệ số phù đối với độ không đảm bảo mở rộng được ghi rõ trong trình bày kết quả.

Chú ý biểu thị kết quả là ước lượng giá trị "thực" gắn với độ không đảm bảo là kết hợp của các độ không đảm bảo thành phần.

Trong trường hợp đo nồng độ hoạt độ nhân phóng xạ bằng phương pháp phổ phát xạ alpha, chỉ cần xem xét độ không đảm bảo của các thông số sau đây:

- Số đếm tổng và phòng nền, kết hợp số đếm vào pic tương ứng;
- Khối lượng của dung dịch đánh dấu bổ sung vào (hoặc thể tích của dung dịch đánh dấu);
- Hoạt độ và tạp chất có thể của dung dịch đánh dấu;
- Thể tích của mẫu thử.

Độ không đảm bảo khác là nhỏ khi so sánh với các thông số được liệt kê từ a) đến d) và có thể bỏ qua, ngoại trừ có các lý do để không loại bỏ chúng.

Những khuyến nghị dưới đây cần chú ý.

Nếu ^{209}Po được dùng làm chất đánh dấu để đánh giá hiệu suất hóa học, hoạt độ ^{209}Po cần được hiệu chỉnh về xác suất phân rã $99,52\% \pm 0,04\%$ và theo thời gian bán rã và khoảng thời gian phân rã thực tế của chúng. Nên kiểm tra xác nhận độ không đảm bảo gắn với thời gian bán rã của ^{209}Po không dẫn đến độ chệch đáng kể trong kết quả.

Nếu lượng chất đánh dấu được thêm vào mẫu bằng phương pháp thể tích, cần biết hoạt độ theo thể tích chính xác của dung dịch đánh dấu. Nên sử dụng phương pháp trọng lượng để bổ sung lượng chất đánh dấu.

Nếu biết có ^{210}Pb , tính toán hoạt độ tại ngày chuẩn mẫu có thể là phức tạp. Nếu việc lắng đọng ^{210}Po và phép đo không được tiến hành ngay, thì hoạt độ ^{210}Pb và/hoặc ^{210}Bi cũng cần phải được đo để có sự hiệu chỉnh phù hợp.

9.2 Hiệu suất tổng

Hiệu suất tổng được tính từ hiệu suất hóa học và hiệu suất đếm.

Hiệu suất hóa học có thể được xem như là một thông số kiểm soát chất lượng.

Hiệu suất tổng, R_T được tính từ phổ mẫu theo Công thức (2):

$$R_T = \frac{(r_T - r_{0T})}{A} \quad (2)$$

Xem 3.2 về các định nghĩa của các ký hiệu. Hiệu chỉnh phân rã không được đưa vào Công thức (2), nhưng có thể được xem xét nếu cần.

9.3 Nồng độ hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu

Trong tất cả công thức, thời gian đếm được lấy là bằng nhau đối với phép đo mẫu và phép đo phòng nền.

Nồng độ hoạt độ của ^{210}Po của mẫu, tính bằng becquerel trên lít tại ngày đo, được tính theo Công thức (3):

$$c_A = \frac{(r_g - r_0)}{V R_T} = (r_g - r_0)w \quad (3)$$

Trong đó:

$$w = \frac{1}{V R_T}$$

Chú ý các lưu ý sau đây khi cần hiệu chỉnh.

Nếu ^{208}Po hoặc ^{209}Po được dùng làm chất đánh dấu, thì việc hiệu chỉnh do tạp chất là cần thiết chỉ khi có công bố của nhà cung cấp hoặc những quy định khác đã có.

Thực hiện hiệu chỉnh sự phân rã của nồng độ hoạt độ ^{210}Po nếu cần, ví dụ đối với thời gian đếm rất dài hoặc một sự chậm trễ từ thời điểm mạ đến thời điểm đếm.

9.4 Độ không đảm bảo kết hợp

Theo TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3) [13], độ không đảm bảo kết hợp C_A có thể được tính theo Công thức (4):

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c_A^2 u_{\text{rel}}^2(w)} = \sqrt{w^2 \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + c_A^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (4)$$

Trong đó độ không đảm bảo của thời gian đếm có thể bỏ qua và độ không đảm bảo chuẩn của w , $u_{\text{rel}}(w)$ được tính theo Công thức (5):

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(R_T) + u_{\text{rel}}^2(V) \quad (5)$$

Độ không đảm bảo chuẩn tương đối của R_T , $u_{\text{rel}}^2(R_T)$ được tính theo Công thức (6):

$$u_{\text{rel}}^2(R_T) = u_{\text{rel}}^2(r_T - r_{0T}) + u_{\text{rel}}^2(A) = \frac{(r_T/t_g) + (r_{0T}/t_0)}{(r_T - r_{0T})^2} + u_{\text{rel}}^2(A) \quad (6)$$

TCVN 10756:2016

Trong đó $u_{rel}^2(A)$ bao gồm tất cả độ không đảm bảo đo có liên quan đến hoạt độ của chất đánh dấu, nghĩa là liên quan đến dung dịch chuẩn, việc chuẩn bị dung dịch đánh dấu, và việc bổ sung dung dịch đánh dấu vào mẫu;

Để tính giới hạn đặc tính, cần tính $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$ (xem ISO 11929) nghĩa là độ không đảm bảo kết hợp của c_A là hàm số của giá trị thực của nó, theo Công thức (7):

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \left[\frac{(\tilde{c}_A / w + r_0)}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right] + \tilde{c}_A^2 u_{rel}^2(w)} \quad (7)$$

9.5 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định, c_A^* tính bằng becquerel trên lít, thu được từ Công thức (7) với $\tilde{c}_A = 0$ (Xem ISO 11929):

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}} \quad (8)$$

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

9.6 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện $c_A^{\#}$ tính bằng becquerel trên lít, được tính theo Công thức (9):

$$c_A^{\#} = c_A^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_A^{\#}) = c_A^* + k_{1-\beta} \sqrt{w^2 \left[\frac{(c_A^{\#} / w + r_0)}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right] + c_A^{\#2} u_{rel}^2(w)} \quad (9)$$

Giới hạn phát hiện có thể được tính bằng cách giải Công thức (8) với $c_A^{\#}$ hoặc đơn giản hơn bằng cách lặp lại phép xấp xỉ $c_A^{\#} = 2c_A^*$ với giá trị bắt đầu cho vế phải của Công thức (9)

Thu được $c_A^{\#}$ với $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$

$$c_A^{\#} = \frac{2c_A^* + (k^2 w)/t_g}{1 - k^2 u_{rel}^2(w)} \quad (10)$$

Giá trị $\alpha = \beta = 0,05$ và do đó $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = 1,65$ thường được chọn mặc định.

9.7 Giới hạn tin cậy

Giới hạn dưới, c_A° , và giới hạn trên, c_A^{\triangleright} , của khoảng tin cậy được tính theo Công thức (11) và (12) (xem ISO 11929):

$$c_A^{\circ} = c_A - k_p u(c_A); \quad p = \omega \left(1 - \frac{\gamma}{2} \right) \quad (11)$$

$$c_A^o = c_A + k_q u(c_A); \quad q = 1 - \frac{\omega\gamma}{2} \quad (12)$$

Trong đó:

$$\omega = \Phi \left[\frac{c_A}{u(c_A)} \right]$$

Φ là hàm phân bố của phân bố chuẩn chuẩn hóa và $1-\gamma$ là xác suất mà giá trị thực của c_A nằm trong khoảng tin cậy.

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

$$c_A^{ob} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} u(c_A) \quad (13)$$

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

10 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:

- Phương pháp thử đã áp dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu;
- Các đơn vị để biểu thị kết quả;
- Ngày chuẩn nồng độ hoạt độ ^{210}Po – nếu ngày chuẩn không phải ngày lắng đọng, thì cần phải xem xét trạng thái cân bằng giữa ^{210}Po , ^{210}Pb và ^{210}Bi cần phải được đưa vào để hiệu chỉnh nồng độ hoạt độ;
- Kết quả thử, $c_A \pm u(c_A)$ hoặc $c_A \pm U$, với giá trị k có 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;
- Ngày lắng đọng và ngày đo;
- Tùy thuộc vào yêu cầu của khách hàng, có những cách khác nhau để thể hiện kết quả:
 - Nếu nồng độ hoạt độ, c_A , được so sánh với ngưỡng quyết định (xem ISO 11929) thì kết quả của phép đo cần phải thể hiện là $\leq c_A^*$ nếu kết quả thấp hơn hoặc bằng ngưỡng quyết định;
 - Nếu nồng độ hoạt độ phóng xạ, c_A , được so sánh với giới hạn phát hiện, kết quả của phép đo cần phải thể hiện $\leq c_A^{\#}$ nếu kết quả thấp hơn hoặc bằng giới hạn phát hiện.

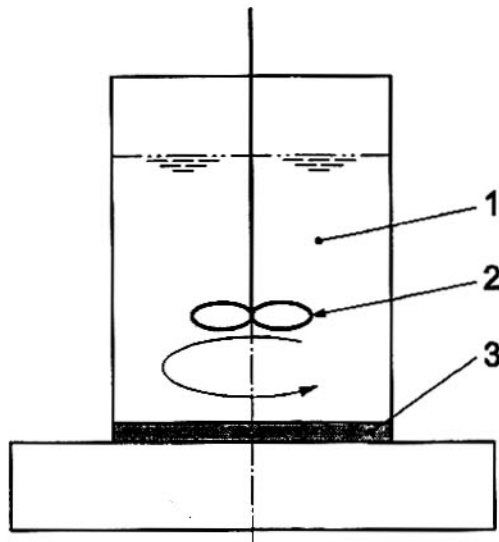
CHÚ THÍCH: Chú ý rằng $U = k u(c_A)$ với $k = 1$ hoặc 2.

Theo TCVN ISO/IEC 17025, có thể cung cấp thông tin bổ sung, ví dụ chi tiết lấy mẫu (ngày,...).

Phụ lục A

(Tham khảo)

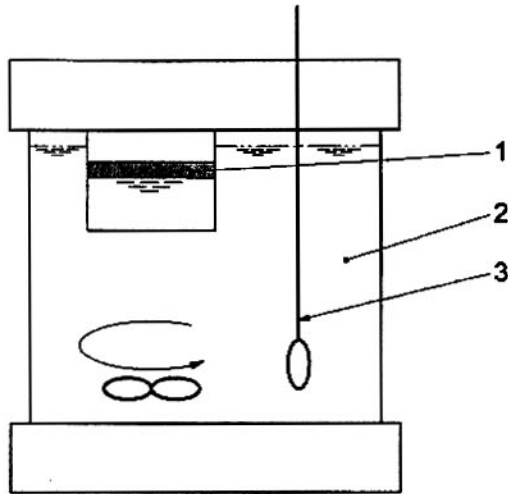
Ví dụ về ngăn lắng đọng



CHÚ DẪN:

- 1 Dung dịch
- 2 Máy khuấy
- 3 Đĩa kim loại

Hình A.1 – Hệ thống lắng đọng ở nhiệt độ phòng



CHÚ DẪN:

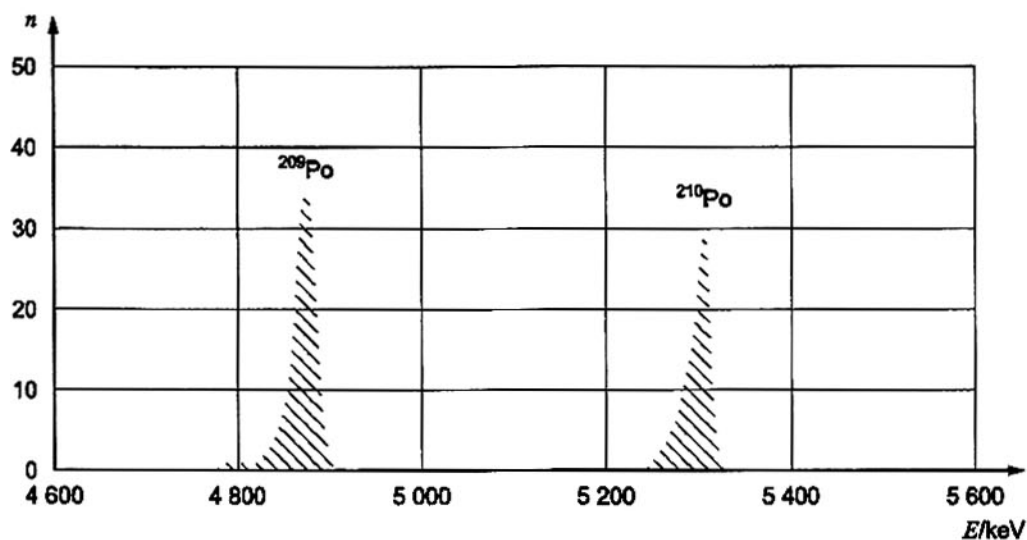
- 1 Đĩa kim loại
- 2 Dung dịch
- 3 Nhiệt kế

Hình A.2 – Hệ thống lỏng động ở nhiệt độ cao

Phụ lục B

(Tham khảo)

Ví dụ phổ

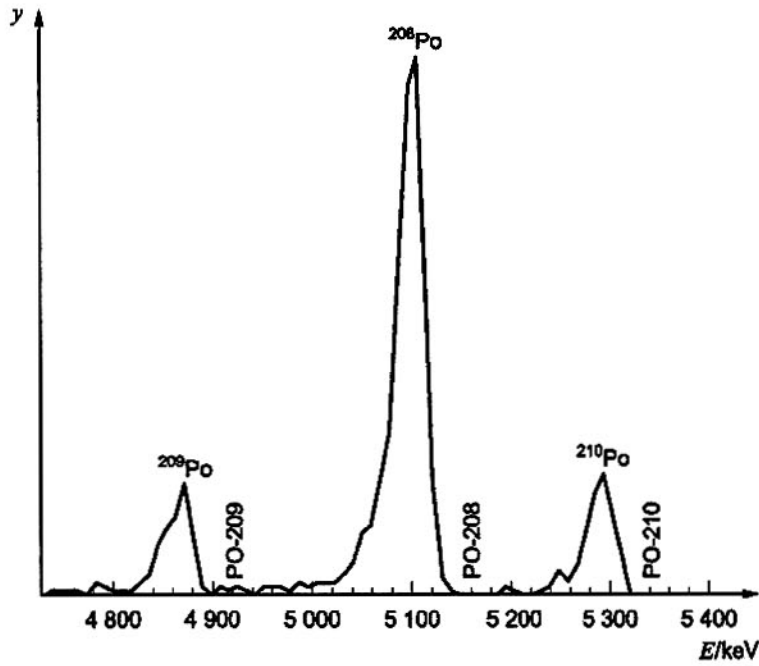


CHÚ DẪN:

n Số đếm

E Năng lượng

Hình B.1 – Ví dụ về phổ thu được bằng detector kiểu bán dẫn với ^{209}Po làm chất đánh dấu

**CHÚ DẪN:**

y Cường độ

E Năng lượng

Hình B.2 – Ví dụ về phổ thu được bằng detector kiểu buồng kế ô với ^{208}Po làm chất đánh dấu

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 9945-1:2013 (ISO 7870-1:2007), *Biểu đồ kiểm soát – Phần 1: Hướng dẫn chung.*
 - [2] TCVN 9945-2:2013 (ISO 7870-2:2013), *Biểu đồ kiểm soát – Phần 2: Biểu đồ kiểm soát Shewhart*
 - [3] ISO 7871:1997, *Cumulative sum charts – Guidance on quality control and data analysis using CUSUM techniques.*
 - [4] NF M60-790-4, *Énergie nucléaire – Mesure de la radioactivité dans l'environnement – Sol – Partie 4: Méthode pour une mise en solution des échantillons de sol [Nuclear energy – Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 4: Methodology for soil samples dissolution].*
 - [5] Po-01-RC, Polonium in water and urine. In: *HASL-300*, 28th Edition, Vol. I. New York, NY: Environmental Measurements Laboratory, US Department of Energy, 1997.
 - [6] Po-02-RC, Polonium in water, vegetation, soil and air filters : In: *HASL-300*, 28th Edition, Vol. I. New York, NY: Environmental Measurements Laboratory, US Department of Energy, 1997.
 - [7] LETHO, J., KELOKASKI, P., VAARAMAA, K., JAAKKOLA, T. Soluble and particle-bound ^{210}Po and ^{210}Pb in groundwaters. *Radiochim. Acta* 1999, **85**, pp. 149-155.
 - [8] FIGGINS, P.E. *The radiochemistry of polonium.* Washington, DC: Subcommittee on Radiochemistry, National Academy of Sciences-National Research Council, 1961. 68 p. (NAS-NS Publication 3037).
 - [9] MATTHEWS, K.M., KIM, C.K., MARTIN, P. Determination of ^{210}Po in environmental materials – A review of analytical methodology. *Appl. Radiat Isot.* 2007, **65**, pp. 267-279.
 - [10] HARVEY, B.R., LOVETT, M.B. The use of yield tracers for the determination of alpha-emitting actinides in the marine environment. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.* 1984, **223**, pp. 224-234.
 - [11] IP, LBNL-Lund Collaboration. *Isotope explorer*, v. 3.0 β_1 [Internet]. Brookhaven, NY: Brookhaven National Laboratory. Available (viewed 2011-03-08) at: <http://ie.lbl.gov/ensdff/>.
 - [12] COLLÉ, R., LIN, Z., SCHIMA, F.J., HODGE, P.A., THOMAS, J.W.L., HUTCHINSON, J.M.R., COURSEY, B.M. Preparation and calibration of carrier-free ^{209}Po solution standards. *J. Res. Nat. Inst. Stand. Technol.* 1995, **100**, pp. 1-36.
 - [13] HURTGEN, C., JEROME, S.M., WOODS, M.J. Revisiting Currie — How low can you go? *Appl. Radiat. Isot.* 2000, **53**, pp. 45-50.
 - [14] COLLÉ, R., LAUREANO-PEREZ, L., OUTOLA, I. A note on the half life of ^{209}Po . *Appl. Radiat. Isot.* 2007, **65**, pp. 728-730.
-