

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7175:2011

ISO 10703:2007

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC –
XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ HOẠT ĐỘNG CỦA CÁC NUCLIT
PHÓNG XẠ – PHƯƠNG PHÁP PHỔ GAMMA
ĐỘ PHÂN GIẢI CAO**

*Water quality - Determination of the activity concentration of radionuclides –
Method by high resolution gamma-ray spectrometry*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 7175:2011 thay thế cho TCVN 7175:2002.

TCVN 7175:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 10703:2007.

TCVN 7175:2011 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

Tiêu chuẩn này cho phép (sau khi lấy mẫu phù hợp, xử lý mẫu và, khi cần hoặc mong muốn, chuẩn bị mẫu) các phép xác định mô phỏng nồng độ hoạt độ của một vài nuclit phóng xạ phát tia gamma trong mẫu nước bằng phổ tia gamma sử dụng detector germani tinh khiết cao (HPGe). Nuclit phóng xạ phát tia gamma ở khắp cả theo cách tự nhiên và nuclit nhân tạo. Do vậy, mẫu môi trường thường chứa nhiều bộ phát tia gamma khác nhau và phương pháp phổ gamma độ phân giải cao cung cấp một công cụ phân tích hữu ích đối với các phép đo môi trường.

Chất lượng nước – Xác định nồng độ hoạt độ của các nuclit phóng xạ – Phương pháp phổ gamma độ phân giải cao

Water quality - Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry

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 đối với người sử dụng tiêu chuẩn, nếu có. Người sử dụng có trách nhiệm xây dựng biện pháp bảo đảm an toàn và sức khỏe 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 đồng thời nồng độ hoạt độ của các nuclit phóng xạ khác nhau phát ra tia gamma với năng lượng $40 \text{ keV} < E < 2 \text{ MeV}$ trong mẫu nước bằng phổ gamma sử dụng detector gecmani có độ phân giải năng lượng cao kết hợp với bộ phân tích đa kênh.

CHÚ THÍCH: Có thể xác định nồng độ hoạt độ của nuclit phóng xạ phát tia gamma với năng lượng dưới 40 keV và trên 2 MeV trong phạm vi tiêu chuẩn này với điều kiện hiệu chuẩn hệ thống đo và che chắn phù hợp với mục đích tiêu chuẩn này.

Tiêu chuẩn này bao gồm qui trình hiệu chuẩn năng lượng, xác định độ nhạy phụ thuộc vào năng lượng của hệ thống đo, phân tích phổ và xác định nồng độ hoạt độ của các nuclit phóng xạ khác nhau trong mẫu nghiên cứu. Qui trình này chỉ áp dụng cho các mẫu đồng thể. Có thể đo được các mẫu có hoạt độ nằm trong khoảng từ 1 Bq đến 10^4 Bq tức là không pha loãng hoặc làm giàu mẫu hoặc không phải dùng thiết bị (điện tử) đặc biệt.

Tùy thuộc nhiều yếu tố khác nhau như năng lượng của tia gamma, xác suất phát xạ trên một phân rã hạt nhân, kích thước và hình dạng của mẫu và detector, sự che chắn, thời gian đếm và các thông số thực nghiệm khác, cần làm giàu mẫu bằng bay hơi khi hoạt độ cần đo nhỏ hơn 1 Bq. Khi hoạt độ lớn hơn 10^4 Bq đáng kể, mẫu cần được pha loãng hoặc lấy một phần để đo, hoặc tăng khoảng cách giữa detector với nguồn, hoặc hiệu chỉnh hiệu ứng chông chắt.

2 Tài liệu viện dẫn

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

TCVN 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 – Phần 1: Hướng dẫn lập chương trình lấy mẫu và kỹ thuật lấy mẫu.*

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

TCVN 7870-10 (ISO 80000-10), *Đại lượng và đơn vị - Phần 10: Hóa lý và vật lý nguyên tử.*

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

ISO 5667-14, *Water quality – Sampling – Part 14: Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling (Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 14: Hướng dẫn đảm bảo chất lượng của lấy mẫu và xử lý nước môi trường).*

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

IEC 61151, *Nuclear instrumentation – Measurement of gamma-ray emission rates of radionuclides – Calibration and use of germanium spectrometers (Thiết bị hạt nhân – Đo tốc độ phát tia gamma của các nuclit phóng xạ - Hiệu chuẩn và sử dụng máy đo phổ gemani)*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Mẫu trắng (blank sample)

Ngăn chứa một thành phần giống hệt như ngăn được dùng để mẫu nước thử được đổ đầy nước đã loại khoáng và không có radon.

3.2

Thời gian chết (dead time)

Khoảng thời gian giữa hai xung liên tiếp hoặc giữa hai hiện tượng ion hoá và nhận biết được bằng hệ thống phát hiện thành hai xung hoặc hai hiện tượng riêng biệt.

3.3**Hiệu chỉnh thời gian chết** (dead time correction)

Hiệu chỉnh số lượng xung quan sát được để tính số lượng xung bị mất trong thời gian chết.

3.4**Hằng số phân rã** (decay constant)

λ

<Hạt nhận phóng xạ ở một trạng thái năng lượng cụ thể>, tỉ số của dP trên dt trong đó dP là xác suất của một nuclid phóng xạ đã chuyển dịch hạt nhân từ trạng thái năng lượng đó trong khoảng thời gian dt .

$$\lambda = \frac{dP}{dt} = -\frac{1}{N} \frac{dN}{dt}$$

Trong đó N là số hạt nhân có tại thời điểm t

3.5**Hiệu suất** (efficiency)

Trong những điều kiện phát hiện đã cho, tỷ số của lượng photon gamma phát hiện được với lượng photon gamma cùng loại được phát ra từ nguồn phát xạ trong cùng khoảng thời gian.

3.6**Độ phân giải năng lượng** (energy resolution)

Ở mức năng lượng đã cho, đo sự khác biệt nhỏ nhất giữa năng lượng của hai tia gamma mà có thể phân biệt được bằng máy quang phổ gamma.

3.7**Pic năng lượng đầy** (full energy peak)

Pic trên đường cong đáp ứng phổ tương ứng với sự hấp thụ hoàn toàn năng lượng của photon trong thể tích nhạy detector bằng hiệu ứng quang điện hoặc các tương tác photon liên tiếp của hiệu ứng tạo cặp (chỉ đối với năng lượng photon > 1 022 keV), tán xạ Compton và hấp thụ quang điện.

3.8

Lớp gamma (gamma cascade)

Hai hay nhiều photon gamma khác nhau phát ra liên tiếp trong một thời gian phân giải từ một hạt nhân khi hạt nhân này kích thích qua một hay nhiều mức năng lượng trung gian.

3.9

Bức xạ gamma (gamma radiation)

Bức xạ điện từ phát ra trong quá trình chuyển dịch hạt nhân hoặc huỷ hạt.

3.10

Phổ tia gamma (gamma-ray spectrometry)

Phương pháp đo tia gamma sinh ra phổ năng lượng phát xạ gamma.

3.11

Chồng chất (pile-up)

Sự xử lý bằng máy đo phổ bức xạ các xung tạo ra do sự hấp thụ đồng thời nhiều hạt hoặc photon có nguồn gốc từ các hạt nhân đang phân rã khác nhau trong detector bức xạ.

CHÚ THÍCH: Kết quả là chúng được đếm như một hạt hoặc photon đơn có mức năng lượng ở giữa các năng lượng riêng và tổng những năng lượng này

3.12

Xác suất chuyển dịch (transition probability)

Phần của hạt nhân chuyển phân rã theo một cách riêng biệt.

4 Ký hiệu và đơn vị

V	Thể tích của mẫu nước để thử, tính bằng lít
A	Hoạt độ của mỗi hạt nhân phóng xạ trong nguồn hiệu chuẩn, tại thời gian hiệu chuẩn, tính bằng becquerel
$C_A, C_{A,c}$	Nồng độ hoạt độ ¹⁾ của mỗi nuclit phóng xạ, không hiệu chỉnh và có hiệu chỉnh, tính bằng becquerel trên lít
t_g	Thời gian đếm phổ của mẫu, tính bằng giây

¹⁾ “Hoạt độ thể tích” có tên khác là “nồng độ hoạt độ”

t_0	Thời gian đếm phổ của nền, tính bằng giây
t_s	Thời gian đếm phổ hiệu chuẩn, tính bằng giây
$n_{N,E}, n_{N0,E}, n_{Ns,E}$	Số đếm trong diện tích của pic thực, tại năng lượng E , trong phổ mẫu, trong phổ nền và trong phổ hiệu chuẩn, tương ứng
$n_{g,E}, n_{g0,E}, n_{gs,E}$	Số đếm trong diện tích tổng cộng của pic, tại năng lượng E , trong phổ mẫu, trong phổ nền và trong phổ hiệu chuẩn tương ứng
$n_{b,E}, n_{b0,E}, n_{bs,E}$	Số đếm trong nền của pic, tại năng lượng E , trong phổ mẫu, trong phổ nền và trong phổ hiệu chuẩn tương ứng
ε_E	Hiệu suất của detector ở năng lượng E , tại điều kiện hình học đo thực tế
P_E	Xác suất phát xạ của một tia gamma với năng lượng E , của mỗi nuclit phóng xạ, trên phân rã
λ	Hằng số phân rã của mỗi nuclit phóng xạ, tính bằng một trên giây
$u(c_A), u(c_{A,c})$	Độ không đảm bảo chuẩn liên quan với kết quả phép đo, không hiệu chỉnh và có hiệu chỉnh, tính bằng becquerel trên lít
U	Độ không đảm bảo mở rộng được tính bằng $U = k \cdot u(c_A)$ với $k = 1, 2, \dots$, tính bằng becquerel trên lít
$c_A^*, c_{A,c}^*$	Ngưỡng quyết định, không hiệu chỉnh và có hiệu chỉnh, tính bằng becquerel trên lít
$c_A^\#, c_{A,c}^\#$	Giới hạn quyết định, không hiệu chỉnh và có hiệu chỉnh, tính bằng becquerel trên lít
$C_A^\triangleleft, C_A^\triangleright$	Giới hạn dưới và giới hạn trên của khoảng tin cậy, tính bằng becquerel trên lít

5 Nguyên tắc

Tia gamma gây ra các cặp điện tử-lỗ trống khi tương tác với vật chất. Khi đặt một điện thế vào detector bán dẫn, các cặp điện tử-lỗ trống này, sau khi được khuếch đại thích hợp được phát hiện trong dạng những xung dòng. Chiều cao của xung liên quan tới năng lượng hấp thụ từ photon gamma hoặc photon trong thời gian phân giải của detector và thiết bị điện tử. Bằng cách phân biệt chiều cao các xung, phổ xung tia gamma. Sau khi phân tích phổ, biết được các pic khác nhau được gán cho nuclit phóng xạ đã phát ra tia gamma tương ứng sử dụng hiệu chuẩn năng lượng của detector đã thu được trước đó. Tính nồng độ của nuclit phóng xạ có trong mẫu bằng cách sử dụng hiệu suất ghi của detector theo năng lượng thu được trước đó.

6 Nguồn chuẩn

Tất cả các nguồn chuẩn phải bảo đảm tuân thủ với tiêu chuẩn quốc gia.

6.1 Nguồn chuẩn dùng để hiệu chuẩn năng lượng

Dùng một hoặc nhiều nguồn chuẩn phát tia gamma với năng lượng đã biết chính xác bao trùm toàn bộ khoảng năng lượng nghiên cứu.

Nên sử dụng các nguồn phát photon bao trùm toàn bộ vùng năng lượng quan tâm. Chọn nguồn sao cho có được ít nhất 9 pic năng lượng đầy chia đều trên khoảng năng lượng nghiên cứu; Các nguồn phóng xạ chứa các đồng vị sống dài (europi-152, americ-241, coban-60, cesi-137) được khuyến nghị sử dụng cho mục đích này. Để kiểm tra định kỳ việc hiệu chuẩn năng lượng, có thể sử dụng số pic nhỏ hơn.

6.2 Nguồn chuẩn dùng để xác định hiệu suất đếm theo năng lượng

Dùng một hay nhiều nguồn chuẩn phù hợp với tiêu chuẩn quốc tế hoặc quốc gia và có độ không đảm bảo của tổng hoạt độ đã biết. Cũng có thể dùng nguồn chứa nhiều nuclit phóng xạ. Năng lượng của tia gamma phát ra phải được phân bố trên toàn khoảng năng lượng phân tích sao cho hiệu suất đếm theo năng lượng của thiết bị đo có thể xác định được đủ chính xác. Độ chính xác là đủ nếu chênh lệch hiệu suất đếm giữa hai mức năng lượng kế tiếp nhau nhỏ hơn 10 % hiệu suất đếm ở 120 keV nếu nuclit phóng xạ yêu cầu là có sẵn. Để xác định hoạt độ của nuclit phóng xạ phát tia gamma với năng lượng trong khoảng $40 \text{ keV} < E < 100 \text{ keV}$, hiệu suất đếm cho các tia gamma này được xác định bằng cách hiệu chuẩn dùng nuclit phóng xạ này.

CHÚ THÍCH: Với khoảng năng lượng $100 \text{ keV} < E < 2\ 000 \text{ keV}$ nên dùng các nuclit phóng xạ: mangan-54, coban-157, kẽm-65, stronti-85, ytti-88, cadimi-109, thiếc-113, caesi-137, cesi-139. Những nuclit phóng xạ chuyển dịch hạt nhân nhiều bậc (như coban-60, cesi-134) phải hết sức chú ý khi dùng. Vì thủy ngân bay hơi nên không thể kết hợp với các nguồn rắn được chuẩn bị bằng bay hơi.

7 Thuốc thử

Các thuốc thử sau được sử dụng khi làm giàu mẫu bằng bay hơi dùng iod. Chỉ dùng thuốc thử đạt độ tinh khiết phân tích và nước cất loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696).

7.1 Axit nitric đậm đặc (HNO_3) = 15,8 mol/l, 69 % phần thể tích hoặc w/w [$\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ g/ml}$].

7.2 Axit sunfuric đậm đặc (H_2SO_4) = 17,9 mol/l, 95 % phần thể tích hoặc w/w [$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$].

7.3 Dung dịch bạc nitrat, $c(\text{AgNO}_3) = 3,2 \text{ g/l}$

Hoà tan 3,2 g bạc nitrat trong nước đã axit hoá bằng 0,1 ml axit nitric và pha loãng thành một lít bằng nước.

7.4 Dung dịch kali iodua, $c(KI) = 1,3 \text{ g/l}$

Hoà tan 1,3 g kali iodua trong một lít nước.

7.5 Natri sunphit, Na_2SO_3 **7.6 Dung dịch hydro peroxyt $c(H_2O_2) = 0,3 \text{ g/l}$** **7.7 Dung dịch natri cacbonat, Na_2CO_3 , bão hòa ở $20 \text{ }^\circ\text{C}$.****8 Thiết bị đo phổ gamma**

Thiết bị đo cơ bản gồm hai phần: detector và các bộ phận xử lý, lưu giữ và phân tích tín hiệu từ detector. Thông thường, tín hiệu đầu ra của detector được đưa vào máy phân tích đa kênh và bộ đệm đa kênh (MCA và MCB) và mọi xử lý, hiển thị, lưu giữ và phân tích số liệu được thực hiện bởi một bộ vi xử lý có phần mềm và phần cứng ngoại vi.

Đối với các phần điện tử, các thành phần số (DSP) thường được sử dụng nhiều hơn.

Các thiết bị phải bao gồm các phần đã mô tả trong 8.1 đến 8.8.

8.1 Detector germani siêu tinh khiết

Tính năng của detector được thử theo IEC 60973.

CHÚ THÍCH: Detector đang có trên thị trường có ba loại với ba dạng khác nhau: phẳng, đồng trục, dạng giếng; mỗi loại có ưu điểm riêng tùy thuộc vào từng trường hợp. Ví dụ detector đồng trục thường dùng cho thể tích mẫu lớn, trong khi detector dạng giếng lại hiệu quả nhất đối với thể tích mẫu nhỏ. Thông tin chi tiết hơn về detector được nêu trong Tài liệu tham khảo [1].

8.2 Nguồn cung cấp cao áp

CẢNH BÁO – Chú ý các yêu cầu an toàn theo chỉ dẫn của hãng sản xuất.

8.3 Bộ tiền khuếch đại

Bộ tiền khuếch đại quyết định chất lượng của toàn bộ hệ thống đo, vì cả độ ồn và độ phân giải năng lượng phụ thuộc đặc tính của bộ tiền khuếch đại.

CHÚ THÍCH: Bộ tiền khuếch đại thường được bố trí gần sát detector. Làm lạnh đầu vào (FET) của bộ tiền khuếch đại sẽ làm giảm được độ ồn và cải thiện độ phân giải năng lượng.

8.4 Bộ làm lạnh, có khả năng giữ detector gần bằng với nhiệt độ của nitơ lỏng.

Cần vận hành ở nhiệt độ thấp để giảm dòng rò và mức ồn điện tử của detector và bộ tiền khuếch đại. Nên có rơle tự ngắt và tín hiệu báo động được kích hoạt khi nhiệt độ tăng (ví dụ do vận hành sai bộ làm lạnh hoặc mất nitơ lỏng).

TCVN 7175:2011

Detector germani siêu tinh khiết có thể bảo quản ở nhiệt độ phòng, tuy nhiên phải được làm lạnh khi đặt một hiệu điện thế lên nó.

8.5 Che chắn

Detector được che chắn ở mọi phía (kể cả đáy) bằng chì hoặc sắt để giảm tín hiệu nền gây bởi các nuclit phóng xạ tự nhiên. Nếu đo trong khoảng năng lượng $40 \text{ keV} < E < 100 \text{ keV}$, lớp vỏ trong cần gồm ba lớp kế tiếp nhau cadmi, đồng và polymethylmetacrylat để đạt độ ồn nền thấp và ổn định nhờ việc ngăn chặn các tia X tạo ra trong lớp che chắn.

Lớp che chắn là rất quan trọng để giảm mức nền, nhất là khi đo mức hoạt độ phóng xạ thấp. Cần dùng các biện pháp sau:

- Dùng chì có hoạt độ phóng xạ thấp; không để tấm che chắn quá gần detector;
- Thông hơi, lọc không khí, các vật liệu khác của hệ thống và xây dựng hệ thống phải được chọn cẩn thận để giảm nồng độ hoạt độ nhằm có được mức thấp của bức xạ nền.

8.6 Bộ khuếch đại chính

Bộ khuếch đại chính cần phải có đặc tính tuyến tính cho tín hiệu vào và tín hiệu ra và cần có khả năng tạo dạng xung, được trang bị hệ thống đưa các cực về điểm không. Phải kiểm tra sự phù hợp của các thông số đặc trưng thực tế so với các tính năng kỹ thuật của nhà sản xuất như quy định trong IEC 61151.

CHÚ THÍCH: Khi tốc độ đếm cao ($> 5000 \text{ s}^{-1}$) cần sử dụng mạch xung loại chống chất.

8.7 Máy phân tích đa kênh (MCA) hoặc đệm đa kênh (MCB)

Số kênh tối ưu phụ thuộc vào độ phân giải năng lượng và dải năng lượng được nghiên cứu. Để độ phân giải tốt trong dải năng lượng 100 keV đến 2 000 keV cần đến 4 096-8 192 (xem Tài liệu tham khảo [11]).

8.8 Máy tính, bao gồm cả các thiết bị ngoại vi và phần mềm

Máy tính, kết hợp với phần cứng phụ trợ và phần mềm (xem Tài liệu tham khảo [1] và [2]) có sẵn phải:

- Đọc được số liệu từ MCA hoặc MCB;
- Hiển thị những số liệu này lên màn hình, bản vẽ hoặc máy in và lưu giữ chúng;
- Xác định được quan hệ giữa số kênh và năng lượng tương ứng trên toàn bộ dải năng lượng nghiên cứu (hiệu chuẩn năng lượng), bằng cách dùng nguồn chuẩn thích hợp;
- Xác định được hiệu suất đếm theo năng lượng trên toàn bộ dải năng lượng nghiên cứu (hiệu chuẩn năng lượng) bằng cách sử dụng nguồn chuẩn thích hợp;
- Phát hiện pic, để xác định đặc tính của pic được phát hiện như tính hướng tâm, bề rộng pic đầy ở một nửa chiều cao tối đa, số đếm thực của pic thu được, và xác định độ không đảm bảo của số đếm đó.

- Xác định nuclit phóng xạ gây ra các pic năng lượng đầy đã quan sát bằng cách dùng nuclit phóng xạ chuẩn, ví dụ xem Tài liệu tham khảo [4] đến [7];
- Tính nồng độ hoạt độ của nuclit phóng xạ tương ứng dựa trên số đếm, thời gian đếm, hiệu suất đếm và số liệu về nuclit phóng xạ chuẩn, ví dụ xem Tài liệu tham khảo [4] đến [7];
- Tính độ không đảm bảo chuẩn của nồng độ hoạt độ của nuclit phóng xạ đã được nhận dạng;
- Tính giới hạn phát hiện và ngưỡng quyết định của nuclit phóng xạ cần đo nhưng không tìm thấy trong mẫu.

Nên kiểm tra thường xuyên bằng mắt kết quả phân tích phổ của máy tính để phát hiện những bất thường hoặc sai sót. Để kiểm tra tính năng của thiết bị đo, nên sử dụng tiêu chuẩn áp dụng cho phòng thí nghiệm. Tham gia vào việc so sánh liên phòng thí nghiệm cũng có thể giúp cho việc kiểm tra tính năng của thiết bị và việc phân tích.

CHÚ THÍCH: Khi cần, có thể tính và nhận dạng bằng cách thủ công.

9 Lấy mẫu

Mẫu phải được thu thập và bảo quản theo TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) và TCVN 5993 (ISO 5667-3). Đặc biệt, cần chú ý những điểm sau:

- Nhận dạng mẫu (địa điểm, thời gian và phương pháp lấy mẫu);
- Thời gian từ khi lấy mẫu đến khi đo mẫu;
- Độ đồng đều của mẫu; nếu tồn tại các hạt làm cho mẫu không đồng đều, cần loại bỏ những hạt này bằng cách lọc và phần cặn có thể đo riêng nếu cần;
- Để lấy mẫu, nên dùng bình polyetylen đã làm sạch bằng axit clohydric 1 mol/l, sau đó lọc bằng axit nitric loãng và tráng bằng nước cất hoặc nước đã loại ion;
- Tùy thuộc vào khoảng thời gian từ lúc lấy mẫu đến khi đo (nếu bảo quản nhiều hơn vài ngày) cũng như nuclit phóng xạ cần đo, mẫu phải được axit hóa tới pH < 2 bằng axit nitric; Nếu loại bỏ chất hạt bằng cách lọc hoặc ly tâm, thao tác này phải được tiến hành trước khi axit hóa.
- Giữa khoảng thời gian từ lúc axit hóa đến khi đo, mẫu phải được chuyển và/hoặc bảo quản trong tối, ở nhiệt độ $1\text{ }^{\circ}\text{C} < t < 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Nếu xác định iod phóng xạ, cần axit hoá mẫu bằng axit clohydric thay vì dùng axit nitric.

CHÚ THÍCH: Trong một vài trường hợp, cần thêm dung dịch chất mang vào mẫu. Ví dụ khi đo nước thải từ nhà máy điện hạt nhân, có thể dùng các dung dịch chất mang nêu ở Phụ lục A.

10 Cách tiến hành

10.1 Chuẩn bị mẫu

Trong tiêu chuẩn này, ba cách khác nhau để chuẩn bị mẫu nước được mô tả. Trong báo cáo thử nghiệm, cần nêu rõ phương pháp chuẩn bị mẫu thực tế trong báo cáo thử nghiệm.

Việc chọn phương pháp tùy thuộc vào giới hạn phát hiện được yêu cầu. Tuy nhiên, nếu phải xác định nuclid phóng xạ iod, thì sẽ chọn từ 10.1.1 đến 10.1.3, phụ thuộc vào giới hạn phát hiện được yêu cầu.

10.1.1 Đo trực tiếp

Dùng cách đo trực tiếp khi không cần chuẩn bị để có kết quả nhanh, ví dụ để quan trắc sự phát xạ hoặc trong trường hợp kiểm soát sự cố. Mẫu được đo trực tiếp, nên dùng cốc Marinelli.

Khi mẫu nước được lọc, phần cặn trên cái lọc phải được đo riêng. Trong báo cáo thử nghiệm, phải ghi rõ là “đo trực tiếp”, đồng thời ghi rõ kết quả khi đo “chất lỏng” và “chất rắn” và cho biết rõ thể tích mẫu. Phải cho biết cả nồng độ khối lượng chất rắn lơ lửng.

CHÚ THÍCH 1: Thêm thuốc thử chelat hóa để có thể đồng nhất chất huyền phù trong mẫu.

CHÚ THÍCH 2: Làm bay hơi một phần mẫu để giảm thể tích và làm giàu hoạt độ trước khi đo trực tiếp.

10.1.2 Làm bay hơi không dùng iod

Làm bay hơi nước đến khô. Nếu cần, xác định khối lượng của phần còn lại và đo hoạt độ của định lượng tương ứng với khối lượng tương ứng với điều kiện hình học chuẩn. Trong báo cáo thử nghiệm, phải nêu rõ sử dụng phương pháp “làm bay hơi không dùng iod”

10.1.3 Làm bay hơi dùng iod

Vừa khuấy, vừa thêm 10 ml dung dịch kali iodua (7.4), 0,1 g natri sunphit (7.5) và 5 ml axit sunphuric đậm đặc (7.2) vào 1 lít mẫu nước không lọc. Sau khi khuấy 5 min, thêm 10 ml dung dịch bạc nitrat (7.6) và 10 ml dung dịch hydro peroxyt (7.6) cho 1 lít. Điều chỉnh pH đến 9, sử dụng dung dịch natri cacbonat bão hòa (7.7).

Làm bay hơi và làm khô mẫu theo 10.1.2. Trong báo cáo thử nghiệm, phải ghi rõ dùng phương pháp “bay hơi dùng iod”.

10.2 Hiệu chuẩn

Hiệu chuẩn theo các yêu cầu của IEC 61452.

10.2.1 Hiệu chuẩn năng lượng

Đặt nguồn chuẩn vào máy đo phổ. Điều chỉnh bộ khuếch đại và bộ chuyển đổi số tương tự (ADC) sao cho kênh đầu tiên tương ứng với năng lượng nằm trong khoảng từ 0 keV đến 30 keV, và mỗi kênh ứng với 0,5 keV, giả thiết rằng 4 096 kênh được sử dụng.

Trong hệ thống thiết bị, quan hệ giữa năng lượng và số kênh là gần tuyến tính. Tuy nhiên, khi phân tích phổ, cần qui cho từng kênh mức năng lượng tương ứng một cách chính xác, ví dụ bằng cách làm cho các điểm thực nghiệm thích hợp với một hàm đa thức biểu thị mối quan hệ này với độ chính xác 0,1 keV hoặc tốt hơn.

Nhìn chung, nhiệm vụ này được thực hiện sử dụng phần mềm thích hợp để xử lý với phổ tiêu chuẩn, ghi lại thông tin hữu ích để sử dụng cho các phân tích sau này và chuyển đổi tự động thước đo kênh của bộ chuyển đổi vào trong thước đo năng lượng photon. Sử dụng phổ hiệu chuẩn năng lượng, có thể xác định được độ rộng đầy đủ tại chiều cao một nửa lớn nhất của các pic năng lượng đầy như một hàm của năng lượng gamma. Thông tin này thường được yêu cầu bằng phần mềm đánh giá.

10.2.2 Hiệu chuẩn hiệu suất

Hiệu suất đếm chịu ảnh hưởng của các yếu tố sau:

- Detector và chế độ cài đặt của các bộ phận điện tử được dùng;
- Điều kiện hình học của mẫu so với detector (góc cứng);
- Mật độ của mẫu và đặc tính vật đựng mẫu.

Tính đến ảnh hưởng của các thông số này đến số đếm, hiệu suất đếm phải được xác định trong cùng điều kiện đo tương tự như nguồn mẫu. Khi một trong các yếu tố này thay đổi, hiệu suất đếm sẽ được đánh giá lại cho điều kiện mới. Dùng cùng thuật toán đối với phân tích phổ cho cả nguồn mẫu và nguồn chuẩn. Tùy thuộc vào mục đích phép đo (xác định nuclid phóng xạ đơn hoặc đa nuclid phóng xạ), hiệu suất đếm có thể được xác định bằng hai cách khác nhau, nghĩa là như một hàm của năng lượng hoặc cho nuclid phóng xạ đơn.

Dùng hiệu suất đếm đặc trưng cho nuclid phóng xạ khi mục đích đo là để xác định một nuclid phóng xạ đơn và khi năng lượng cần phân tích nằm trong khoảng $40 \text{ keV} < E < 100 \text{ keV}$. Hiệu suất đếm đặc trưng cho nuclid phóng xạ cũng được dùng cho nuclid phóng xạ cụ thể đó và cho các trường hợp khi nuclid phóng xạ được khảo nghiệm phát bức xạ gamma do chuyển dịch nhiều lớp. Hiệu suất đếm đặc trưng cho các nuclid phóng xạ cũng cần thiết khi hiệu chính tổng cộng các ngẫu nhiên là quan trọng, ví dụ detector kiểu giếng.

10.2.2.1 Qui trình

Chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn từ nguồn chuẩn với cùng đặc tính hóa học và vật lý như mẫu nguồn. Có thể tạo nguồn hiệu chuẩn bằng cách, ví dụ, thêm một lượng thích hợp nước và chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn giống như nguồn mẫu cần đo.

Đặt nguồn hiệu chuẩn vào thiết bị đo và ghi phổ đến khi tốc độ đếm thực ở pic năng lượng đầy được xác định với hệ số biến động 1 % hoặc ít hơn. Để tránh sai số do hiệu ứng chồng chất, hoạt độ của nguồn chuẩn cùng với điều kiện hình học đo phải đảm bảo để thời gian đếm thực sự của phép đo không khác quá 10 % thời gian sống. Có thể sử dụng một mạch loại hiệu ứng chồng chất.

TCVN 7175:2011

Xác định số đếm thực theo các pic tương ứng cho mọi năng lượng (E) được sử dụng. Sử dụng cùng qui trình tính diện tích pic khi đo mẫu.

10.2.2.2 Hiệu suất đếm là hàm số của năng lượng

Xác định hiệu suất đếm ở năng lượng E với mọi pic dùng Công thức (1):

Hiệu suất đối với mức năng lượng E được tính bằng:

$$\mathcal{E}_E = \frac{n_{Ns,E} / t_s}{A \cdot P_E} \quad (1)$$

Đối với pic không bị nhiễu tại mức năng lượng E , số đếm $n_{Ns,E}$ trong vùng pic thực tế của phổ- γ được tính theo Công thức (2):

$$n_{Ns,E} = n_{gs,E} - n_{bs,E} \quad (2)$$

Xác định hiệu suất phát hiện phụ thuộc năng lượng bằng cách tìm ra đường thích hợp nhất hoặc biểu thức toán học chỉ quan hệ giữa số liệu thực nghiệm của hiệu suất với năng lượng.

Khi sử dụng nguồn hiệu chuẩn của nuclit phóng xạ có các vạch phát xạ khác nhau, cần tính đến các hiệu ứng tổng cộng hoặc bị mất số đếm do trùng phát xạ.

Lặp lại qui trình đã mô tả trong 10.2 định kỳ thường xuyên như một phép kiểm tra và cho mỗi điều kiện hình học đo khác nhau.

10.2.2.3 Hiệu suất đếm đặc trưng cho nuclit phóng xạ

Hiệu suất cho mỗi nuclit phóng xạ riêng i , tại mức năng lượng E , được xác định theo Công thức (3):

$$\mathcal{E}_{i,E} = \frac{n_{Ns,E} / t_s}{A_i \cdot P_E} \quad (3)$$

CHÚ THÍCH: Một số nuclit phóng xạ tạo ra nhiều hơn một pic năng lượng đầy, cần phải sử dụng độ nhạy và độ chính xác cao hơn. Hiệu suất đếm nhiều bậc cho một nuclit phóng xạ đơn cho độ nhạy cao hơn và độ chính xác tốt hơn.

10.3 Đọc phổ mẫu

Đặt mẫu vào thiết bị đo, điều chỉnh MCA (8.7) và ghi phổ. Ghi thời gian và ngày đo mẫu. Đếm trong thời gian đủ dài cho đến khi đạt giới hạn phát hiện của các nuclit phóng xạ khác nhau như mong muốn.

Detector, ngăn chứa mẫu hoặc các vật xung quanh detector có thể bị nhiễm bản phóng xạ hoặc chứa các nuclit phóng xạ tự nhiên. Điều này có thể làm cao pic trong phổ mà không phải do mẫu. Để khắc phục điều này, ghi phổ nền thường xuyên như một phép kiểm tra qua việc dùng mẫu trắng. Chỉ những hộp không bị nhiễm bản phóng xạ mới được dùng lại. Khi phải đạt được giới hạn phát hiện thấp và thời gian đếm dài là cần thiết, cần chú ý phân tích pic từ phổ nền.

10.4 Phân tích phổ

Phát hiện các pic tạo ra trong phổ, xác định năng lượng tại đó đáp ứng là cực đại và số đếm thực được thu thập dưới các pic tương tự như xác định hiệu suất đếm theo năng lượng. Đối với mỗi pic xác định nó được gán cho nuclit phóng xạ nào và cần chú ý đến sự phát xạ tia X có thể và sự xuất hiện các hiệu ứng tổng cộng hoặc chồng chất.

Nên kiểm tra bằng mắt sự phù hợp giữa các pic trên phổ đo được và các pic được phát hiện bằng chương trình phần mềm bởi vì các pic nhỏ, rộng hoặc pic kép có thể được phát hiện hoặc định lượng không chính xác.

Nếu thời gian đếm đủ dài để pic tạo nên trong phổ nền thì số đếm của các pic này cần được trừ đi số đếm pic của mẫu tương ứng. Nếu cần, hiệu chỉnh sự chênh lệch về thời gian đếm giữa mẫu thật và mẫu trắng.

Thông tin chi tiết xem Tài liệu tham khảo [11].

11 Biểu thị kết quả

11.1 Tính nồng độ hoạt độ

Nồng độ hoạt độ c_A của nuclit phóng xạ có trong mẫu được tính từ số đếm thực tế $c_{N,E}$ từ pic của vạch- γ riêng lẻ mà không bị nhiễu sử dụng Công thức (4)

$$c_A = \frac{n_{N,E} / t_g}{P_E \cdot \varepsilon_E \cdot V \cdot f_E} \quad (4)$$

Trong đó

f_E là hệ số hiệu chỉnh xét cho tất cả các hiệu chỉnh cần thiết theo Công thức (5):

$$f_E = f_d \cdot f_{cl,E} \cdot f_{su,E} \quad (5)$$

Trong đó

f_d là hệ số hiệu chỉnh phân rã cho ngày tham chiếu;

$f_{cl,E}$ là hệ số hiệu chỉnh cho sự mất do trùng hợp ngẫu nhiên (không được đếm;

$f_{su,E}$ là hệ số hiệu chỉnh hiệu ứng đếm thêm do ngẫu nhiên.

Đối với pic không nhiễu tại mức năng lượng E , số đếm $n_{N,E}$ trong vùng pic thực của phổ- γ được tính sử dụng Công thức (6):

$$n_{N,E} = n_{g,E} - n_{b,E} \quad (6)$$

Vì thế, Công thức (4) có thể được biểu thị như:

$$C_A = \frac{n_{N,E}/t_g}{P_E \cdot \epsilon_E \cdot V \cdot f_E} = \frac{n_{g,E} - n_{b,E}}{P_E \cdot \epsilon_E \cdot V \cdot f_E \cdot t_g} = (n_{g,E} - n_{b,E}) \cdot w / t_g \quad \text{Với} \quad w = \frac{1}{P_E \cdot \epsilon_E \cdot V \cdot f_E} \quad (7)$$

11.1.1 Hiệu chỉnh phân rã

Phụ thuộc vào thời gian bán rã của nuclid phóng xạ được đo, phải hiệu chỉnh hoạt độ riêng bằng f_d . Cần xem xét sự phân rã hoạt độ phóng xạ trong thời gian đếm và trong suốt thời gian tính từ thời điểm tham chiếu ($t = 0$) và thời điểm đo ($t = t_i$), f_d phải được tính bằng:

$$f_d^{-1} = e^{\lambda \cdot t_i} \left[\frac{\lambda \cdot t_g}{1 - e^{-\lambda \cdot t_g}} \right] \quad (8)$$

11.1.2 Hiệu chỉnh do hiệu ứng tổng cộng hoặc mất do trùng hợp

Với các nuclid phóng xạ chuyển dịch nhiều lớp, có thể mất số đếm do trùng hợp, đặc biệt khi hiệu suất đếm cao.

Việc hiệu chỉnh này là rất quan trọng đối với các mẫu nguồn điểm được đo gần bề mặt detector, và là đặc trưng cho mỗi nuclid phóng xạ, mỗi detector, điều kiện hình học đo và khoảng cách từ mẫu tới detector.

Hầu hết các phương pháp lý thuyết để tính tổng cộng đều có liên quan với việc sử dụng lý thuyết vận chuyển và các kỹ thuật Monte-Carlo (xem Tài liệu tham khảo [15] tới [18]). Do khó khăn đối với chọn loại detector, một số qui trình thực nghiệm có thể được áp dụng đối với mỗi tình huống cụ thể.

Một số trong các qui trình thực nghiệm này sử dụng số liệu từ tài liệu chuyên ngành, nhưng do khả năng chọn detector và các điều kiện đo là một dải rộng, việc đo trực tiếp như nêu dưới đây cần được thực hiện:

- Chuẩn bị nguồn chứa nuclid phóng xạ phát photon đa vạch mà hệ số hiệu chỉnh của nó tại mức năng lượng E phải được tính cùng với các nuclid phóng xạ khác phát xạ tại mức năng lượng tương tự, E' , mà hệ số hiệu chỉnh tổng không đáng kể. Điều kiện hình học phải tương tự như khi sử dụng đối với nguồn mẫu.
- Đo nguồn này tại khoảng cách xa so với detector. Tính mối tương quan giữa số đếm pic thực tại các mức năng lượng E và E' .
- Đo mẫu tại vị trí đo thông thường. Mối tương quan giữa số đếm pic thực tại mức năng lượng E và E' sẽ tương tự với giá trị đã tính ở trên và số đếm pic thực theo lý thuyết, $n_{N,E}^T$, tại mức năng lượng E , có thể ước tính được.

Mối tương quan giữa $n_{N,E}^T$ theo lý thuyết và số đếm pic thực $n_{N,E}$ theo kết quả đo là hệ số hiệu chỉnh tổng tại mức năng lượng E của nuclid phóng xạ phát xạ photon đa vạch và phải được áp dụng để phân tích phổ mẫu nguồn và phổ hiệu chuẩn.

Thông tin bổ sung được nêu trong Tài liệu tham khảo [8] và [12].

11.2 Độ không đảm bảo chuẩn

Theo GUM, độ không đảm bảo chuẩn của c_A được tính theo:

$$u(c_A) = \sqrt{(w/t_g)^2 \cdot [u^2(n_{g,E}) + u^2(n_{b,E})] + c_A^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (9)$$

Trong đó độ không đảm bảo của thời gian đếm là không đáng kể và độ không đảm bảo chuẩn tương đối của w , được tính bằng:

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(P_E) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_E) + u_{\text{rel}}^2(f_E) \quad (10)$$

Tính đến Công thức (1) độ không đảm bảo chuẩn tương đối của ε_E được tính bằng:

$$u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_E) = u_{\text{rel}}^2(n_{Ns,E}) + u_{\text{rel}}^2(A) + u_{\text{rel}}^2(P_E) = u_{\text{rel}}^2(n_{gs,E} - n_{bs,E}) + u_{\text{rel}}^2(A) + u_{\text{rel}}^2(P_E) \quad (11)$$

Trong đó Độ không đảm bảo $u_{\text{rel}}(A)$ bao gồm tất cả độ không đảm bảo liên quan đến nguồn hiệu chuẩn: chứng nhận hiệu chuẩn của dung dịch chuẩn và việc chuẩn bị nguồn hiệu chuẩn và bổ sung nguồn hiệu chuẩn này.

Để tính các giới hạn đặc trưng theo ISO 11929^[1], cần tính $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$, tức là độ không đảm bảo chuẩn kết hợp của c_A như là một hàm số của giá trị thực của nó. Đối với một giá trị thực, \tilde{c}_A , dự kiến $n_{g,E}/t_g = c_A/w + n_{b,E}/t_g$ và với $u^2(n_g) = n_g$, thu được :

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \cdot [(\tilde{c}_A/w + n_{b,E}/t_g)/t_g + u^2(n_{b,E})/t_g^2] + \tilde{c}_A^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (12)$$

CHÚ THÍCH: Các độ không đảm bảo $u(n_N)$, $u(n_g)$ và $u(n_b)$ được tính theo GUM, có tính đến số đếm riêng lẻ n_i trong kênh i của phổ đa kênh là kết quả của phân bố Poisson và do đó lấy $u^2(n_i) = n_i$. Các giá trị của n_N , n_g và n_b và các độ không đảm bảo chuẩn có liên quan của chúng $u(n_N)$, $u(n_g)$ và $u(n_b)$ có thể được tính bằng một chương trình tính. Vì có một số phương pháp trừ nền nằm dưới pic để thu được số đếm trong vùng pic thực tế, có thể không đưa ra công thức áp dụng chung. Ví dụ trường hợp đơn giản của phương pháp trừ nền tuyến tính được nêu trong Phụ lục B. Để tính ngưỡng quyết định và giới hạn phát hiện, ít nhất n_N , n_b và $u(n_N)$ và $u(n_b)$ phải được biết.

11.3 Ngưỡng quyết định

Ngưỡng quyết định, c_A^* , có được từ Công thức (12), đối với $\tilde{c}_A = 0$ (xem ISO 11929). Kết quả như sau:

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} (w/t_g \sqrt{n_{b,E} + u^2(n_{b,E})}) \quad (13)$$

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

11.4 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện, $c_A^\#$, được tính theo Công thức (14) (xem ISO 11292):

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_A^*) = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \cdot \left[(c_A^\# / w + n_{b,E} / t_g) / t_g + u^2(n_{b,E}) / t_g^2 \right] + c_A^{\#2} \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (14)$$

$\beta = 0,05$ với $k_{1-\beta} = 1,65$ được chọn 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 $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$, nghiệm của Phương trình (14) được tính bằng Công thức (15):

$$c_A^\# = \frac{2c_A^* + (k^2 w) / t_g}{1 - k^2 u_{rel}^2(w)} \quad (15)$$

11.5 Giới hạn khoảng tin cậy

Giới hạn tin cậy dưới c_A^\triangleleft và trên c_A^\triangleright được tính bằng cách sử dụng các Công thức (16) và (17) (xem ISO 11292):

$$c_A^\triangleleft = c_A - k_p u(c_A); \quad p = \omega(1-\gamma)/2 \quad (16)$$

$$c_A^\triangleright = c_A + k_p u(c_A); \quad q = (1-\omega)\gamma/2 \quad (17)$$

Trong đó

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

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

$\omega = 1$ có thể được lấy nếu $c_A \geq 4u_c(c_A)$. Trong trường hợp này:

$$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright = c_A \pm k_{(1-\gamma)/2} u(c_A) \quad (18)$$

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

11.6 Hiệu chỉnh đối với đóng góp từ các nuclit phóng xạ và nền khác

Trong phổ gamma, hai loại đóng góp thường phải được hiệu chỉnh:

- d) Vạch gamma của nuclit phóng xạ cần xác định chứa các đóng góp từ phóng xạ gamma của các nuclit phóng xạ khác trong mẫu. Nuclit phóng xạ đóng góp có vạch gamma khác với sự đóng góp tới vạch nghi ngờ có thể được đánh giá có tính đến xác suất phát xạ của các vạch gamma.
- e) Vạch gamma của nuclit phóng xạ cần xác định xuất hiện cũng trong nền của máy đo phổ. Bằng cách đo phổ nền dùng mẫu trắng với thời gian đếm t_0 , sự đóng góp này có thể được hiệu chỉnh theo thời gian đếm khác nhau của hai phổ.

Đối với cả hai trường hợp, hoạt độ riêng có thể tính sử dụng mô hình theo Công thức (19):

$$c_{A,C} = (n_{N,E} / t_g - x \cdot n_{N_0,E} / t_0) \cdot w \quad (19)$$

Trong đó x là hệ số mà biểu thị của nó phụ thuộc vào loại hiệu chỉnh. Đối với trường hợp đóng góp này, mô hình này đưa ra hiệu chỉnh cần thiết.

11.6.1 Đóng góp từ nuclit phóng xạ khác

Vạch gamma được hiệu chỉnh tại mức năng lượng E_1 có vùng pic thực tế n_{N,E_1} . Sự đóng góp của nuclit phóng xạ được tính sử dụng tỷ lệ của nuclit phóng xạ đóng góp đối với năng lượng gamma E_1 . Công thức (19) chỉ ra sự hiệu chỉnh cần thiết với $x = P_{E_1 \cdot \mathcal{E}_1} / P_{E_2 \cdot \mathcal{E}_2}$ và $t_0 = t_g$.

$$c_{A,C} = (n_{N,E_1} - x \cdot n_{N,E_2}) \cdot w / t_g \quad (20)$$

Bỏ qua độ không đảm bảo chuẩn của x , độ không đảm bảo chuẩn của $c_{A,C}$ được tính bằng:

$$u^2(c_{A,C}) = (w/t_g)^2 \{ n_{g,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x^2 [n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})] \} + c_{A,C}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w) \quad (21)$$

và với giá trị thực $\tilde{c}_{A,C}$ thay cho $c_{A,C}$:

$$\begin{aligned} \tilde{u}^2(\tilde{c}_{A,C}) = & (w/t_g)^2 \{ \tilde{c}_{A,C} t_g / w + n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2 [n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})] \} + \dots \\ & \dots + c_{A,C}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w) \end{aligned} \quad (22)$$

Sau đó, ngưỡng quyết định $c_{A,C}^*$ được tính bằng:

$$c_{A,C}^* = k_{1-\alpha} \cdot (w/t_g) \sqrt{n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2 [n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})]} \quad (23)$$

và giới hạn phát hiện, $c_{A,C}^\#$, bằng

$$c_{A,c}^{\#} = c_{A,c}^* + k_{1-\beta} \times \dots \times \sqrt{(w/t_g)^2 \left\{ c_{A,c}^{\#} t_g / w + n_{b,E_1} + u^2(n_{b,E_1}) + x(n_{g,E_2} - n_{b,E_2}) + x^2 [n_{g,E_2} + u^2(n_{b,E_2})] \right\} + c_{A,c}^{\# 2} u_{rel}^2(w)} \quad (24)$$

Có thể tính giới hạn phát hiện bằng giải Công thức (24) cho $c_{A,c}^{\#}$ hoặc, cách đơn giản hơn, bằng tính lặp lại với giá trị xấp xỉ $c_{A,c}^{\#} = 2.c_{A,c}^*$.

Khi $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ nghiệm Công thức (24) được tính bằng Công thức (25):

$$c_{A,c}^{\#} = \frac{2.c_{A,c}^* + (k^2.w)/t_g}{1 - k^2.u_{rel}^2(w)} \quad (25)$$

11.6.2 Đóng góp từ nền

Trong trường hợp này, sử dụng Công thức (19) để hiệu chỉnh với $x=1$ và $u(x)=0$. $n_{N0,E}$ là vùng pic thực tế của vạch gamma trong phổ nền và t_0 là thời gian đếm của phổ nền.

$$c_{A,c} = (n_{N,E}/t_g - n_{N0,E}/t_0).w \quad (26)$$

Độ không đảm bảo chuẩn của $c_{A,c}$ được tính bằng:

$$u^2(c_{A,c}) = w^2 (n_{g,E}/t_g^2 + n_{g0,E}/t_0^2 + u^2(n_{b,E})/t_g^2 + u^2(n_{b0,E})/t_0^2) + c_{A,c}^2 u_{rel}^2(w) \quad (27)$$

và với giá trị thực $\tilde{c}_{A,c}$ của $c_{A,c}$

$$u^2(c_{A,c}) = w^2 \left\{ \tilde{c}_{A,c} / t_g w + [n_{b,E} + u^2(n_{b,E})]/t_g^2 + [n_{g0,E} + u^2(n_{b0,E})]/t_0^2 + (n_{g0,E} - n_{b0,E})/t_0 t_g \right\} + \dots + c_{A,c}^2 u_{rel}^2(w) \quad (28)$$

Khi đó, ngưỡng quyết định $c_{A,c}^*$ được tính bằng:

$$c_{A,c}^* = k_{1-\alpha}.w.\sqrt{[n_{b,E} + u^2(n_{b,E})]/t_g^2 + [n_{g0,E} + u^2(n_{b0,E})]/t_0^2 + (n_{g0,E} - n_{b0,E})/t_0 t_g} \quad (29)$$

và giới hạn phát hiện $c_{A,c}^{\#}$ bằng

$$c_{A,c}^{\#} = c_{A,c}^* + k_{1-\beta} \times \dots \times \sqrt{w^2 \left\{ \frac{c_{A,c}^{\#}}{t_g w} + [n_{b,E} + u^2(n_{b,E})]/t_g^2 + [n_{g0,E} + u^2(n_{b0,E})]/t_0^2 + (n_{g0,E} - n_{b0,E})/t_0 t_g \right\} + c_{A,c}^{\# 2} u_{rel}^2(w)} \quad (30)$$

Có thể tính giới hạn phát hiện bằng cách giải Công thức (30) cho $c_{A,c}^{\#}$ hoặc một cách đơn giản hơn, tính lặp lại với giá trị xấp xỉ bắt đầu $c_{A,c}^{\#} = 2.c_{A,c}^*$.

Khi lấy $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ nghiệm của Công thức (30) được tính bằng Công thức (31):

$$c_{A,c}^{\#} = \frac{2.c_{A,c}^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)} \quad (31)$$

Các giới hạn của khoảng tin cậy được tính theo các Công thức (16) và (17).

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải tuân thủ các yêu cầu theo TCVN ISO/IEC 17025. Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng mẫu;
- c) Các đơn vị dùng để biểu thị kết quả;
- d) Kết quả thử nghiệm, $c_A \pm u_c(c_A)$ hoặc $c_A \pm U$, với giá trị k liên quan.

Có thể cung cấp thông tin bổ sung như:

- e) Xác suất α , β và $(1-\gamma)$;
- f) Ngưỡng quyết định và giới hạn phát hiện;
- g) Phụ thuộc vào nhu cầu của khách hàng mà có các cách khác nhau để thể hiện kết quả:
 - 1) Khi nồng độ hoạt độ, c_A được so sánh với ngưỡng quyết định (xem ISO 11929), thì kết quả của phép đo phải được biểu thị là $\leq c_A^*$ khi kết quả ở dưới ngưỡng quyết định;
 - 2) Khi nồng độ hoạt độ, c_A được so sánh với giới hạn phát hiện, thì kết quả của phép đo có thể được biểu thị là $\leq c_A^{\#}$ khi kết quả ở dưới giới hạn phát hiện. Nếu giới hạn phát hiện vượt quá giá trị hướng dẫn, thì phải ghi vào tài liệu rằng phương pháp là không phù hợp đối với mục đích đo.
- h) Mọi thông tin liên quan có ảnh hưởng tới kết quả.

Phụ lục A

(Tham khảo)

**Ví dụ về dung dịch chất mang cần thêm vào mẫu nước khi nghiên cứu nước thải
từ nhà máy điện hạt nhân**

Hoà tan trong 100 ml axit clohydric [$c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$]:

- 5,3 g crom (III) clorua ngậm 6 phân tử nước ($\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 3,6 g mangan (II) clorua ngậm 4 phân tử nước ($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)
- 4,8 g sắt (III) clorua ngậm 6 phân tử nước ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 4,0 g coban (II) clorua ngậm 6 phân tử nước ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 3,5 g zirconi (IV) oxy clorua ngậm 8 phân tử nước ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)
- 1,3 g cesi clorua (CsCl)
- 1,8 g bari clorua ngậm 2 phân tử nước ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- 2,7 g lanthan (III) clorua ngậm 7 phân tử nước ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- 2,7 g ceri (III) clorua ngậm 7 phân tử nước ($\text{CeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
- 2,1 g kẽm clorua (ZnCl_2)
- 2,1 g kali telurat (K_2TeO_4)

1 ml của dung dịch chất mang này được thêm vào 1 lít mẫu nước.

Phụ lục B

(tham khảo)

Tính nồng độ hoạt độ từ phổ gamma sử dụng phép trừ nền tuyến tính

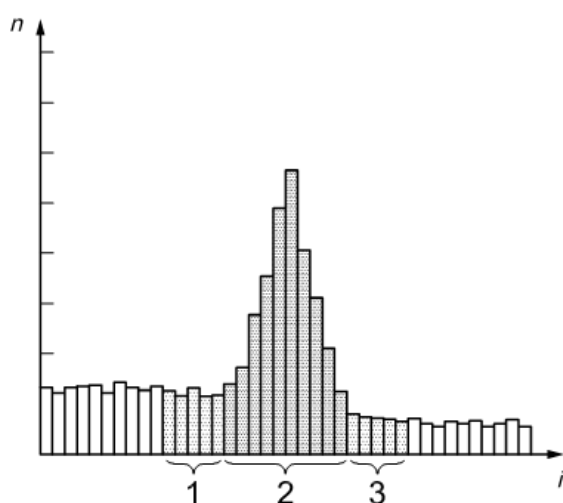
(pic không bị nhiễu)

Thông thường, diện tích pic thực tế thường được tính bằng phép trừ phổ nền tuyến tính. Trong trường hợp này, ba diện tích kênh được xác định trong phổ: diện tích P, đối xứng xung quanh pic lớn nhất chứa kênh p và hai diện tích B1 và B2, mỗi diện tích chứa kênh b , liền kề hai bên của P (xem Hình B.1). Với chiều rộng đầy tại một nửa chiều cao tối đa, h của pic, chiều dài của diện tích pic $p = 2,5 h$ và $b = p/2$ thường được chọn. Sau đó tính n_N theo Công thức (6) với:

$$n_g = \sum_{i \in P} n_i, n_{B1} = \sum_{i \in B1} n_i, n_{B2} = \sum_{i \in B2} n_i \text{ và } n_b = \frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}) \quad (\text{B.1})$$

Độ không đảm bảo chuẩn được tính bằng:

$$u(n_g) = \sqrt{n_g}, u(n_b) = \frac{p}{2b} \cdot \sqrt{n_{B1} + n_{B2}} \text{ và } u(n_N) = \sqrt{n_g + \left(\frac{p}{2b}\right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2})} \quad (\text{B.2})$$



CHÚ DẪN

i Số kênh

n Số đếm

1 Diện tích B1, với chiều dài b

2 Diện tích P, với chiều dài p

3 Diện tích B2, với chiều dài b

Hình B.1 – Sơ đồ của phép trừ nền tuyến tính trong phổ gamma

Độ không đảm bảo chuẩn đối với nồng độ hoạt độ theo Công thức (9) được cho bởi:

$$u^2(c_A) = w^2 \cdot \left(n_g + \left(\frac{p}{2b} \right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2}) \right) / t_g^2 + \frac{n_N^2}{t_g^2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w)$$

(B.3)

Trong trường hợp này, $\tilde{u}^2(\tilde{c}_A)$ được tính bởi:

$$\tilde{u}^2(\tilde{c}_A) = (w/t_g)^2 \cdot \left(\tilde{c}_A \cdot \frac{t_g}{w} + \frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}) + \left(\frac{p}{2b} \right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2}) \right) + \tilde{c}_A^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w) \quad (\text{B.4})$$

và giá trị thu được cho ngưỡng quyết định

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot (w/t_g) \cdot \sqrt{\frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}) + \left(\frac{p}{2b} \right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2})} \quad (\text{B.5})$$

và cho giới hạn phát hiện

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(c_A^\#)$$

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{(w/t_g)^2 \left[c_A^\# \cdot \frac{t_g}{w} + \frac{p}{2b} \cdot (n_{B1} + n_{B2}) + \left(\frac{p}{2b} \right)^2 \cdot (n_{B1} + n_{B2}) \right] + c_A^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (\text{B.6})$$

Khi lấy $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ nghiệm của Công thức (B.6) được tính bằng Công thức (B.7):

$$c_A^\# = \frac{2 \cdot c_A^* + (k^2 \cdot w) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (\text{B.7})$$

Giới hạn của khoảng tin cậy được tính theo các Công thức (16) và (17).

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] IAEA, TECDOC 1011, *Intercomparison of gamma ray analysis software packages*, Vienna, 1998
- [2] IAEA, TECDOC 1275, *Specialized software utilities for gamma ray spectrometry*, Vienna, 2002
- [3] KNOLL, G.F., *Radiation Detection and Measurement*, 3rd Edition, Wiley, New York, 2000, pp. 405-456, pp. 557-710, pp. 757-776
- [4] GEHRKE, R.J. and DAVIDSON, J.R. 'Acquisition of quality γ -ray spectra with HPGe spectrometers', *Appl. Radiat. Isot.*, **62**, 2005, pp. 479-499
- [5] Bureau International des Poids et Mesures, *Table off Radionuclides*, Monographie BIPM-5, 2004
- [6] OECD Nuclear Energy Agency, Joint Evaluation File, JEF 2.2, *Java-based Nuclear Data Display Program*, Data bank available from www.nea.fr/janis
- [7] IAEA-TECDOC-619, *X-ray and gamma-ray standards for detector calibration*, 1991
- [8] DEBERTIN, K. and HELMER, R.G. *Gamma- and X-ray spectrometry with semiconductor detectors*, Elsevier Science Publishers, Amsterdam. 1988
- [9] DEBERTIN, K. and SCHÖTZIG, U. *Bedeutung von Sum mationskorrekturen bei der GammastrahlenSpektrometrie mit Germaniumdetektoren*, PTB-Bericht **Ra-24**, Braunschweig, 1990, ISSN 0341-6747, ISBN 3-89429-010-2.
- [10] DEBERTIN, K. and SCHÖTZIG, U. Coincidence summing corrections in Ge(Li)-spectrometry at low source-to-detector distances, *Nucl. instr. and methods* **158**, 1979, p. 471.
- [11] GILORE, G., HEMINGWAY, J. *Practical gamma ray spectrometry*, John Wiley & Sons, 1995 (ISSN 0471 95150 1)
- [12] ANSI N42.14 (1999). *American National Standard for Calibration and Use of Germanium Spectrometers for the Measurement of Gamma-Ray Emission Rates of Radionuclides*
- [13] ASTM E181-98 (2003). *Standard Test Methods for Detector Calibration and Analysis of Radionuclides*
- [14] IEEE Std 325 (1996). *IEEE Standard Test Procedures for Germanium Gamma-Ray Detectors*
- [15] Geant4 Home Page, <http://www.cern.ch/geant4>
- [16] *The EGSNRC Code System: Monte Carlo simulation of electron and photon transport*. Technical Report PIRS-701, National Research Council of Canada, Ottawa, Canada, 2003
- [17] Los Alamos National Laboratory. *MCNP-4C. Monte-Carlo N-Particle Transport Code System, versión 4C*. New México. USA, 2001
- [18] SALVAT, F., FERNANDEZ-VAREA, J.M. SEMPAY, J. et al. PENELOPE – <http://www.nea.fr>
- [19] ISO 11929, *Determination of the detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements*