

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8229 : 2009
ISO/ASTM 51538 : 2009**

Xuất bản lần 1

**TIÊU CHUẨN THỰC HÀNH SỬ DỤNG
HỆ ĐO LIỀU ETANOL-CLOBENZEN**

*Standard Practice for Use of the Ethanol-Chlorobenzene
Dosimetry System*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8229 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO/ASTM 51538 : 2009;

TCVN 8229 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F5 Vệ sinh thực phẩm và chiếu xạ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Tiêu chuẩn thực hành sử dụng hệ đo liều etanol-clobenzen¹⁾

Standard Practice for Use of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimetry System

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này bao gồm qui trình chuẩn bị, xử lý, thử nghiệm và sử dụng hệ đo liều etanol-clobenzen (ECB) để xác định liều hấp thụ (tính theo liều hấp thụ trong nước) trong vật liệu được chiếu xạ bằng photon (bức xạ gamma hoặc bức xạ tia X/bức xạ hãm) hoặc bằng electron năng lượng cao. Hệ này bao gồm liều kế và thiết bị phân tích thích hợp. Để đơn giản, hệ đo liều này được gọi là hệ đo liều ECB. Hệ này được phân loại là hệ đo liều chuẩn chính và cũng được sử dụng như hệ đo liều thường xuyên (xem ISO/ASTM Guide 51261).

1.2 Tiêu chuẩn này mô tả phép phân tích chuẩn độ thủy ngân như một qui trình đọc chuẩn đối với liều kế ECB khi liều kế này được dùng làm hệ đo liều chuẩn chính. Các phương pháp đọc liều kế khác (dùng máy đo quang phổ, dùng máy đo độ dao động) có thể áp dụng khi sử dụng hệ đo liều ECB như một hệ đo liều thường xuyên, được mô tả trong Phụ lục A1 và A2.

1.3 Tiêu chuẩn này được áp dụng khi đáp ứng các điều kiện sau:

1.3.1 Dải liều hấp thụ trong khoảng từ 10 Gy đến 2 MGy đối với bức xạ gamma và từ 10 Gy đến 200 kGy đối với máy gia tốc dòng electron cao (1,2)²⁾. (**CẢNH BÁO** – Điểm sôi của dung dịch etanol-clobenzen khoảng 80 °C. Ống đựng dung dịch này có thể bị nổ nếu nhiệt độ trong quá trình chiếu xạ vượt quá điểm sôi của dung dịch. Nhiệt độ của dung dịch có thể vượt quá điểm sôi khi liều hấp thụ lớn hơn 200 kGy trong một thời gian ngắn).

¹⁾ Tiêu chuẩn thực hành này nằm trong phạm vi thẩm quyền của ASTM Ban E 10 Công nghệ và ứng dụng hạt nhân và thuộc trách nhiệm của Tiểu ban E10.01 Hệ đo liều và Ứng dụng và cũng thuộc phạm vi thẩm quyền của ISO/TC 85/WG3.

Ấn bản hiện hành được thông qua vào ngày 18 tháng 6 năm 2008, được xuất bản tháng 6 năm 2009, nguyên bản là ASTM E 1538-93. ASTM E 1538-93 được ISO thông qua vào năm 1998 với số hiệu tiêu chuẩn là ISO 15563:1998. Tiêu chuẩn ISO/ASTM 51538:2009 hiện hành là bản soát xét chính của ISO/ASTM 51538:2002 (ISO/ASTM 51538:2002 thay thế ISO 15563).

²⁾ Số in đậm trong dấu ngoặc đơn viện dẫn tài liệu tham khảo ở cuối tiêu chuẩn này.

TCVN 8229 : 2009

1.3.2 Suất liều hấp thụ nhỏ hơn 10^6 Gy s^{-1} (2).

1.3.3 Đối với nguồn phóng xạ phát tia gamma, năng lượng ban đầu của photon tới phải lớn hơn 0,6 MeV. Đối với các photon bức xạ hãm thì năng lượng của các electron tới được sử dụng để sinh ra các photon hãm phải bằng hoặc lớn hơn 2 MeV. Đối với các chùm electron thì năng lượng electron ban đầu phải bằng hoặc lớn hơn 4 MeV (3) (xem báo cáo ICRU 34 và 35).

CHÚ THÍCH 1 Độ nhạy tương đối của bức xạ gamma ^{60}Co bằng độ nhạy của bức xạ hãm năng lượng cao được tạo ra từ máy gia tốc electron 5 MeV (4). Giới hạn dưới của năng lượng đã cho thích hợp với các ống liều kế hình trụ có đường kính 12 mm. Đối với các ống liều kế có đường kính bằng hoặc nhỏ hơn 12 mm thì không cần hiệu chỉnh gradient liều. Hệ đo liều ECB có thể được sử dụng tại mức năng lượng thấp hơn 4 MeV bằng cách sử dụng các ống liều kế mỏng hơn (theo chiều của chùm tia). Hệ đo liều ECB cũng có thể dùng cho năng lượng tia X thấp hơn 120 kVp (5). Tuy nhiên, trong dải này của năng lượng photon, cần lưu ý hiệu ứng do thành ống gây ra.

1.3.4 Nhiệt độ chiếu xạ của liều kế phải nằm trong dải từ -40°C đến 80°C .

CHÚ THÍCH 2 Sự phụ thuộc vào nhiệt độ của độ nhạy liều kế chỉ được biết đến trong dải nhiệt độ này (xem 4.3). Nếu chiếu xạ ngoài dải nhiệt độ này thì cần phải hiệu chuẩn hệ đo liều phù hợp với dải nhiệt độ chiếu xạ yêu cầu.

1.4 Ảnh hưởng của kích thước và hình dạng liều kế đến độ nhạy của liều kế có thể đánh giá được đầy đủ khi thực hiện các phép tính thích hợp sử dụng lý thuyết lỗ hổng (6).

1.5 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là phải tự xác lập các tiêu chuẩn thích hợp về thực hành an toàn và sức khỏe và xác định khả năng áp dụng các giới hạn luật định trước khi sử dụng. Các cảnh báo cụ thể được đưa ra trong 8.2 và 9.2.

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).

2.1 Tiêu chuẩn ASTM³⁾

TCVN 2117 (ASTM D 1193), *Qui định đối với nước dùng để thử nghiệm.*

ASTM C 912, *Practice for Designing a Process for Cleaning Technical Glasses (Thực hành thiết kế quy trình làm sạch các dụng cụ thủy tinh kỹ thuật).*

ASTM E 170 *Terminology Relating to Radiation Measurements and Dosimetry (Thuật ngữ liên quan đến các phép đo bức xạ và đo liều).*

³⁾ Đối với các tiêu chuẩn của ISO/ASTM, xem website của ASTM tại www.astm.org, hoặc liên hệ với Bộ phận chăm sóc khách hàng của ASTM theo địa chỉ service@astm.org. Về Niên giám tiêu chuẩn ASTM, xem website của ASTM.

ASTM E 275, *Practice for Describing and Measuring Performance of Ultraviolet, Visible, and Near Infrared Spectrophotometers* (Thực hành sử dụng máy đo quang phổ tử ngoại, nhìn thấy và vùng gần hồng ngoại để mô tả và đo đạc).

ASTM E 666, *Practice for Calculating of Absorbed Dose from Gamma or X-Radiation* (Thực hành về tính toán liều hấp thụ của bức xạ gamma hoặc tia X).

ASTM E 668 *Practice for Application of Thermoluminescence-Dosimetry (TLD) Systems for Determining Absorbed Dose in Radiation-Hardness Testing of Electronic Devices* (Thực hành đối với việc ứng dụng các hệ đo liều nhiệt huỳnh quang (TLD) để xác định liều hấp thụ trong việc thử nghiệm khả năng chịu bức xạ của các thiết bị electron).

ASTM E 925, *Practice for Monitoring the Calibration of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers whose Spectral Slit Width does not Exceed 2 nm* (Thực hành kiểm soát việc hiệu chuẩn các máy đo quang phổ tử ngoại và nhìn thấy có độ dày khe phổ không lớn hơn 2 nm).

ASTM E 958, *Practice for Measuring Practical Spectral Bandwidth of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers* (Thực hành đo thực tế dải thông phổ của máy đo quang phổ tử ngoại và nhìn thấy).

2.2 Tiêu chuẩn ISO/ASTM ³⁾

ISO/ASTM 51261, *Guide for Selection and Calibration of Dosimetry Systems for Radiation Processing* (Hướng dẫn lựa chọn và hiệu chuẩn các hệ đo liều trong công nghệ xử lý bằng bức xạ).

ISO/ASTM 51400, *Practice for Characterization and Performance of a High-Dose Radiation Dosimetry Calibration Laboratory* (Thực hành xác định các đặc tính và chất lượng vận hành của phòng thử nghiệm hiệu chuẩn liều cao).

ISO/ASTM 51707, *Guide for Estimating Uncertainties in Dosimetry for Radiation Processing* (Hướng dẫn đánh giá độ không đảm bảo đo về các phép đo liều trong công nghệ xử lý bằng bức xạ).

2.3 Báo cáo của Ủy ban Quốc tế về đơn vị và phép đo liều bức xạ (ICRU) ⁴⁾

ICRU Report 14, *Radiation Dosimetry: X-Rays and Gamma Rays with Maximum Photon Energies Between 0.6 MeV and 60 MeV* (Đo liều bức xạ: tia X và gamma với năng lượng photon tối đa từ 0,6 MeV đến 60 MeV).

ICRU Report 17, *Radiation Dosimetry: X Rays Generated at Potentials of 5 to 150 kV* (Đo liều bức xạ: tia X được sinh ra tại các hiệu điện thế từ 5 kV đến 150 kV).

ICRU Report 34, *The Dosimetry of Pulsed Radiation* (Đo liều bức xạ xung).

⁴⁾ Có sẵn tại International Commission on Radiation Units and Measurements (Ủy ban quốc tế về đơn vị và phép đo bức xạ - ICRU), 7910 Woodmont Ave., Bethesda, MD 20814, Mỹ.

TCVN 8229 : 2009

ICRU Report 35, *Radiation Dosimetry: Electron with Energies Between 1 and 50 MeV* (Đo liều bức xạ: chùm electron với năng lượng trong khoảng từ 1 MeV đến 50 MeV).

ICRU Report 37, *Stopping Powers for Electrons and Positrons* (Năng lượng hãm đối với electron và positron).

ICRU Report 60, *Fundamental Quantities and Units for Ionizing Radiation* (Đại lượng và đơn vị cơ bản đối với bức xạ ion hoá).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 Định nghĩa

3.1.1

Hiệu chuẩn (Calibration)

Tập hợp các thao tác được thực hiện trong các điều kiện qui định, nhằm thiết lập mối liên hệ giữa các số đọc của dụng cụ đo hoặc hệ đo và các giá trị tương ứng được bằng các liên kết chuẩn đo lường phòng thử nghiệm quốc gia hoặc quốc tế được công nhận.

3.1.1.1 Giải thích: Các điều kiện hiệu chuẩn bao gồm các điều kiện môi trường và các điều kiện chiếu xạ trong quá trình chiếu xạ, bảo quản và đo liều kế để xây dựng đường chuẩn. Để đạt được các điều kiện môi trường ổn định thì có thể cần bảo ôn liều kế trước khi tiến hành hiệu chuẩn.

3.1.2

Đường chuẩn (Calibration curve)

Biểu diễn bằng đồ thị hàm đặc trưng độ nhạy của hệ đo liều.

3.1.3

Hệ đo liều (Dosimetry system)

Hệ thiết bị được sử dụng để xác định liều hấp thụ, bao gồm các liều kế, các dụng cụ đo, các chuẩn so sánh có liên quan và các qui trình hướng dẫn sử dụng hệ đo liều.

3.1.4

Liều kế etanol-clobenzen (Ethanol-chlorobenzen dosimeter)

Dung dịch clobenzen (CB) trong etanol 96 % thể tích được khử oxy một phần trong vật chứa thích hợp, ví dụ như trong ống thủy tinh hàn kín, được dùng để xác định liều hấp thụ bằng cách xác định lượng HCl tạo thành khi chiếu xạ.

3.1.5

Kế hoạch đảm bảo chất lượng phép đo (Measurement quality assurance plan)

Kế hoạch đối với quá trình đo được lập thành văn bản nhằm đảm bảo rằng độ không đảm bảo mở rộng của phép đo liều luôn đáp ứng các yêu cầu của ứng dụng cụ thể. Kế hoạch này yêu cầu liên kết với chuẩn đo lường quốc gia hoặc quốc tế được công nhận.

3.1.6

Hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử gam ε_m (Molar linear absorption coefficient ε_m)

Hằng số liên hệ giữa độ hấp thụ quang phổ, A_λ , và các hình thái phân tử hấp thụ quang ở một bước sóng nhất định, λ , trên đơn vị quãng chạy, d , đối với nồng độ phân tử gam, c , của các hình thái phân tử đó trong dung dịch:

$$\varepsilon_m = \frac{A_\lambda}{d \times c} \quad (1)$$

(Đơn vị SI: $\text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$).

3.1.6.1 Giải thích: Đôi khi đơn vị đo được dùng là $\text{L} (\text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1})$.

3.1.7

Hiệu suất hoá học bởi bức xạ $G(x)$ [Radiation chemical yield $G(x)$]

Tỷ số $n(x)$ trên $\bar{\varepsilon}$, trong đó $n(x)$ là lượng trung bình thực thể xác định, x , được sinh ra, mất đi hoặc thay đổi bởi năng lượng trung bình, $\bar{\varepsilon}$, được truyền cho vật chất:

$$G(x) = n(x)/\bar{\varepsilon} \quad (2)$$

(Đơn vị SI: $\text{mol} \cdot \text{J}^{-1}$).

3.1.8

Liều kế chuẩn chính (Reference-standard dosimeter)

Liều kế có chất lượng đo lường cao dùng như một liều kế chuẩn để cung cấp các phép đo có liên kết chuẩn với phép đo dùng liều kế chuẩn đầu.

3.1.9

Hàm đặc trưng độ nhạy (Response function)

Mối quan hệ toán học giữa độ nhạy của liều kế và liều hấp thụ đối với hệ đo liều đã biết.

3.1.10

Liều kế thường xuyên (Routine dosimeter)

Liều kế được hiệu chuẩn dựa trên liều kế chuẩn đầu, liều kế chuẩn chính hoặc liều kế truyền chuẩn và được dùng để đo liều hấp thụ thường xuyên.

3.1.11

Tính liên kết chuẩn (Traceability)

Đặc tính kết quả đo hoặc giá trị của chuẩn, có liên quan đến các chuẩn chính được viện dẫn, thông thường là chuẩn quốc gia hoặc quốc tế, qua chuỗi so sánh liên tục tất cả các độ không đảm bảo đo đã công bố.

3.2 Định nghĩa về các thuật ngữ khác dùng trong tiêu chuẩn này

3.2.1

Phép đo độ dẫn (Conductometry)

Phương pháp phân tích dựa trên phép đo độ dẫn của dung dịch.

3.2.1.1 Giải thích: Độ dẫn của dung dịch phụ thuộc nồng độ của các ion tự do có trong dung dịch.

3.2.2

Phép đo dao động (Oscillometry)

Phương pháp phân tích electron đo độ dẫn với dòng điện xoay chiều cao tần (1 MHz đến 600 MHz) để đo hoặc theo dõi sự thay đổi thành phần của các hệ hoá học.

3.3 Các định nghĩa về các thuật ngữ khác dùng trong tiêu chuẩn này có liên quan đến phép đo bức xạ và đo liều có thể tham khảo ở tài liệu ASTM E 170. Các định nghĩa trong E 170 phù hợp với ICRU 60, do đó, có thể sử dụng ICRU 60 làm tài liệu tham khảo thay thế.

4 Ý nghĩa và ứng dụng

4.1 Hệ đo liều ECB là hệ đo liều tin cậy để đo liều hấp thụ trong vật chất. Phương pháp này dựa trên quá trình tạo phân ly bức xạ của axit clohydric (HCl) trong các dung dịch etanol clobenzen bởi bức xạ ion (7,8).

4.2 Các liều kế sử dụng dung dịch clobenzen (CB) trong etanol 96 % thể tích được khử oxy một phần trong dụng cụ chứa thích hợp, ví dụ như trong ống thủy tinh hàn kín. Các dung dịch được chiếu xạ liều hấp thụ bằng lượng HCl được tạo thành. Một vài phương pháp phân tích sẵn có để đo lượng HCl trong etanol (9).

4.3 Ảnh hưởng của nhiệt độ chiếu xạ

4.3.1 Sự phụ thuộc của độ nhạy liều kế vào nhiệt độ là một hàm phức hợp của liều và nhiệt độ đối với mỗi nồng độ clobenzen (cho mỗi công thức). Các dữ liệu phân tích được công bố (10) chỉ ra rằng sự phụ thuộc vào nhiệt độ từ 20 °C đến 80 °C ở bất kỳ nồng độ nào của clobenzen có thể được mô tả bằng hàm số mũ đơn giản sau đây:

$$G_t = G_0 \exp[k(t - 20)] \quad (3)$$

trong đó:

G_t là hiệu suất hoá học bởi bức xạ ở nhiệt độ t (°C), tính bằng micromol trên Jun ($\mu\text{mol/J}$);

G_0 là hiệu suất hoá học bởi bức xạ ở 20 °C, tính bằng micromol trên Jun ($\mu\text{mol/J}$) (G_0 của các dung dịch ECB khác nhau được đưa ra trong Bảng 1), và;

k là hệ số nhiệt độ ứng với liều sử dụng, tính bằng $(^\circ\text{C})^{-1}$.

Bảng 1 – Các công thức điển hình của dung dịch ECB

Nồng độ của CB % thể tích	Khối lượng riêng ở 20 °C kg.m ⁻³	Tỷ lệ của các hệ số ^A	Hiệu suất hoá học bởi bức xạ ở 20 °C ^B , μmol.J ⁻¹	
			Tia gamma ⁶⁰ Co (11)	Các electron từ 4 MeV đến 10 MeV (3)
4	819	0,989	0,42 ^C	
10	839	0,995	0,52	
20	869	1,006	0,59	
24	880	1,011	0,60	0,57 ^D
40	925	1,027	0,63	

^A Tỷ lệ của hệ số hấp thụ năng lượng khối đối với nước và dung dịch đo liều ở năng lượng tia gamma ⁶⁰Co:

$$f = \frac{(\mu_{en} / \rho)_w}{(\mu_{en} / \rho)_D}$$

^B Hiệu suất hoá học bởi bức xạ của HCl trong dải liều từ 100 Gy đến 100 kGy.

^C Giới hạn trên của liều 20 kGy.

^D Giới hạn dưới của liều 1 kGy. Công thức này chứa axeton 0,04 % và benzen 0,04 %.

4.3.2 Các giá trị *k* được đưa ra trong Bảng 2.Bảng 2 – Hệ số nhiệt độ *k* (°C)⁻¹ đối với các công thức điển hình của dung dịch ECB

Nồng độ CB, % thể tích	2,5 kGy	5 kGy	10 kGy	15 kGy	20 kGy	25 kGy
4	- 0,0002	- 0,0004	- 0,0007	- 0,0011	- 0,0015	- 0,0019
10	0,0018	0,0014	0,0009	0,0002	0,0	0,0
20, 25, 40	0,0037	0,0031	0,0020	0,0013	0,0008	0,0

CHÚ THÍCH 1 Các giá trị liều trung gian được tính bằng phép nội suy.

4.3.3 Ở nhiệt độ từ -30 °C đến 50 °C hệ số nhiệt độ là 0,015 kGy/°C áp dụng cho liều 30 kGy (12). Thông tin về sự phụ thuộc của độ nhạy liều kể vào nhiệt độ trong khi chiếu xạ ở nhiệt độ từ 20 °C đến 80 °C xem Tài liệu tham khảo (10), và từ -40 °C đến 20 °C xem Tài liệu tham khảo (13).

TCVN 8229 : 2009

4.4 Nồng độ của clobenzen trong dung dịch có thể thay đổi để phù hợp với một số vật liệu có hệ số hấp thụ năng lượng khối photon (μ_{en}/ρ) khác nhau đối với bức xạ tia X và tia gamma, và hệ số hấp thụ năng lượng khối của electron (S/ρ) bao trùm dải phổ năng lượng từ 10^{-2} MeV đến 100 MeV (14-17).

4.5 Liều hấp thụ xác định được là liều hấp thụ trong nước. Có thể tính được liều hấp thụ trong vật liệu khác được chiếu trong các điều kiện tương đương. Phương pháp tính đó được trình bày trong ASTM E 666, ASTM E 668 và ISO/ASTM Guide 51261.

CHÚ THÍCH 3 Các phương pháp đo liều khác nhau đối với các loại bức xạ có năng lượng khác nhau xem Báo cáo ICRU số 14, 17, 34, 35 và 37.

4.6 Hệ đo liều ECB có thể sử dụng đối với các bức xạ khác nhau như neutron (18), proton (19). Để đo liều đối với các loại bức xạ và năng lượng ngoài phạm vi sử dụng của hệ đo liều này thì yêu cầu độ nhạy hoá học đối với bức xạ tương ứng có thể áp dụng trong điều kiện xác lập trước.

5 Hạn chế

5.1 Dung dịch đo liều ECB không thực sự nhạy khi có tạp chất trong các hoá chất thương mại, clobenzen và etanol với độ tinh khiết phân tích (AR) hoặc tương đương (pro analysi, p.a. và puriss.). Để có kết quả chính xác cao, các chất hữu cơ có độ tinh khiết kỹ thuật cao (hoặc purum) có thể được tinh chế bằng chưng cất.

5.2 Khi cho dung dịch vào ống cần tránh làm dây dung dịch vào cổ ống vì có thể gây ra thay đổi hoá học không mong muốn trong dung dịch đo liều do nhiệt khi hàn ống. Do vậy, các ống kiểm tra có nút thủy tinh bằng phù hợp hơn hàn kín khi đo liều nhỏ hơn 100 Gy. Với lý do như vậy, cần thận trọng trong quá trình hàn kín ống, tránh đốt nóng thân ống.

5.3 Dung dịch đo liều nhạy với ánh sáng cực tím nên giữ ở nơi tối trong quá trình bảo quản dài ngày. Không có yêu cầu đặc biệt trong quá trình lưu giữ dưới điều kiện ánh sáng bình thường của phòng thử nghiệm, nhưng cần tránh các nguồn cực tím (UV) mạnh như ánh sáng mặt trời (20).

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Tiêu chuẩn thực hành này mô tả phép chuẩn độ thủy ngân của ion Cl^- được tạo thành bởi phân ly bức xạ như một qui trình đọc chuẩn đối với hệ ECB khi sử dụng như một hệ đo liều chuẩn chính.

6.2 Để phân tích dung dịch đo liều nên sử dụng buret đo thể tích có độ chính xác 0,01 ml. Nếu cần, kiểm tra việc hiệu chuẩn ban đầu của thể tích ống và khi cần thì chuẩn lại để có độ không đảm bảo đo tương đối trong khoảng 0,1 %. Nhiệt độ của dung dịch trong quá trình bảo quản nên duy trì ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.3 Sử dụng dụng cụ thủy tinh borosilicat hoặc thủy tinh có độ bền hoá học tương đương để bảo quản thuốc thử và dung dịch đo liều đã chuẩn bị, và để tiến hành chuẩn độ. Cần phải làm sạch kỹ tất cả các dụng cụ trước khi sử dụng (xem ASTM Practice C 912).

6.4 Sử dụng ống thủy tinh hàn kín hoặc vật chứa thủy tinh thích hợp khác để đựng các dung dịch đo liều trong quá trình chiếu xạ. Đối với các photon, cần bọc liều kế bằng vật liệu có độ dày thích hợp để tạo ra điều kiện cân bằng electron trong quá trình chiếu xạ hiệu chuẩn. Để đo liều hấp thụ trong nước thì sử dụng vật liệu có khả năng hấp thụ tương đương với nước, ví dụ như polystyren và polyetylen. Độ dày thích hợp của những vật liệu đó phụ thuộc vào năng lượng của photon (xem ASTM Practice E 666 và ASTM Practice E 668).

CHÚ THÍCH 4 Dung tích ống đo liều thông thường là 5 ml. Có thể sử dụng ống thủy tinh để bẻ gãy hoặc ống thủy tinh "loại 1" ống không màu hoặc vật chứa tương đương. Có thể sử dụng các ống có bán sẵn để có những kết quả ổn định mà không cần sự làm sạch bổ sung nào.

7 Thuốc thử

7.1 Cần sử dụng các loại thuốc thử đạt chất lượng phân tích để chuẩn bị các dung dịch đo liều⁵⁾.

7.2 Nên dùng nước cất ba lần thu được từ các thiết bị cất nước có tất cả các bộ phận đều làm bằng thủy tinh. Nước loại II được mô tả trong TCVN 2117 (ASTM D 1193) được cho là đủ tiêu chuẩn chất lượng để chuẩn bị dung dịch và etanol 96 % thể tích.

CHÚ THÍCH 5 Một số nhà cung cấp có sẵn loại nước có độ tinh khiết cao. Loại nước này được ghi nhãn là loại dùng cho HPLC (sắc ký lỏng hiệu năng cao), loại nước không tinh khiết thông thường không được dùng trong trường hợp này.

8 Chuẩn bị liều kế

8.1 Dung dịch đo liều có thể chứa bất kỳ nồng độ CB nào. Trong thực tế, chỉ một số công thức đặc trưng được mô tả chi tiết. Bảng 1 liệt kê các công thức đặc trưng đó với nồng độ CB và hiệu suất hoá học bởi bức xạ gắn với các nồng độ đó.

8.2 Chuẩn bị dung dịch etanol 96 % thể tích bằng cách cho etanol tuyệt đối vào bình định mức chứa lượng nước thích hợp (**CẢNH BÁO** – Etanol là chất dễ cháy). Dùng dung dịch etanol này để pha chế các dung dịch đo liều với nồng độ mong muốn bằng cách bổ sung vào các bình định mức một lượng CB thích hợp. Bảo quản dung dịch đo liều trong bóng tối (**CẢNH BÁO** – Clobenzen là chất độc và hại da. Cần cẩn thận khi tiếp xúc với dung dịch khi chuẩn bị và phân tích với liều kế. Dung dịch đã qua sử dụng phải được thải bỏ như là chất thải nguy hại).

⁵⁾ Các qui định về thuốc thử sẵn có theo Hội hoá học Mỹ, 1115 16th Street, NW, Washington, DC 20036, Mỹ.

8.3 Đổ dung dịch đo liều vào ống liều kế. Bỏ sung nitơ qua ống mao dẫn đường kính 1 mm để làm sôi dung dịch trong ống trong khoảng 1 min với tốc độ 1 bọt trong 1 s. Sau khi sôi thì hàn kín ống ngay. Cần cẩn thận trong quá trình thực hiện để tránh đọng dung dịch lên cổ ống. Bảo quản liều kế trong bóng tối.

CHÚ THÍCH 6 Để giảm thiểu việc tách hơi phía trên dung dịch đo liều trong ống thì cần bão hoà nitơ với hơi của dung dịch bằng cách đưa nitơ qua dung dịch ECB với thành phần tương tự trước khi làm sôi ống liều kế.

9 Hiệu chuẩn dung dịch thủy ngân nitrat

9.1 Qui trình đo bằng liều kế dựa trên việc chuẩn độ ion clorua tạo thành khi chiếu xạ. Clorua tự do kết tủa với ion thủy ngân dưới dạng $HgCl_2$ không tan, ngay sau đó ion Hg^{2+} dư sẽ tạo màu tím đỏ với chỉ thị diphenylcarbazon trong môi trường axit (21).

9.2 Chuẩn bị dung dịch $Hg(NO_3)_2$ nồng độ khoảng 5×10^{-4} mol/l trong etanol đã axit hoá. Trước tiên hoà lượng $Hg(NO_3)_2$ thích hợp vào nước được axit hoá với lượng HNO_3 vừa đủ để đạt nồng độ axit trong dung dịch cuối cùng là 0,05 mol/l. (**CẢNH BÁO** – Thủy ngân (II) nitrat có độc tính cao. Nếu bị dây vào da hoặc niêm mạc sẽ gây tổn thương. Trong trường hợp tiếp xúc thường xuyên sẽ gây ra những biến đổi bệnh lý. Khi tiếp xúc với chúng cần có những biện pháp phòng ngừa thích hợp. Dung dịch được sử dụng sẽ bị loại bỏ như một chất thải độc. Có thể tránh ảnh hưởng xấu của thủy ngân bằng cách sử dụng các phương pháp đọc thay thế được mô tả trong Phụ lục A2 và Bảng A3.1 trong Phụ lục A3).

9.2.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn NaCl trong nước. Tạo một số nồng độ để có thể kiểm tra chéo. Các nồng độ thích hợp là 5×10^{-3} , $1,0 \times 10^{-2}$, $1,5 \times 10^{-2}$ và $2,0 \times 10^{-2}$ mol/l. Nếu bảo quản đúng cách trong chai thủy tinh tối màu có nút mài thì dung dịch này có thể ổn định hàng năm. Để tránh dung dịch chuẩn bị nhiễm bẩn, lượng dung dịch sử dụng hàng ngày nên chứa trong chai thủy tinh tối màu nhỏ có nút mài. Cần bổ sung dung dịch chuẩn vào chai thủy tinh tối màu nhỏ đó.

9.2.2 Chuẩn bị HNO_3 0,2 mol/l trong etanol và các dung dịch diphenylcarbazon (DPC) 1 % trong etanol.

9.3 Rót 10 ml etanol chuẩn kỹ thuật vào mỗi cốc có mỏ để chuẩn độ. Dùng pipet nhỏ dung dịch chuẩn NaCl vào cốc có etanol. Thêm 1 ml dung dịch HNO_3 0,2 mol/l và 7 giọt dung dịch DPC 1 % và lắc. Chuẩn độ bằng dung dịch $Hg(NO_3)_2$ từ buret. Dung dịch trong cốc có mỏ ban đầu có màu vàng cam, kết thúc chuẩn độ sẽ chuyển sang màu tím đỏ.

9.4 Dụng hoặc tính đường thẳng qua các điểm: (thể tích dung dịch $Hg(NO_3)_2$ đã dùng) tính theo (mili đương lượng của NaCl). Điểm cắt ở phần dương nhỏ biểu thị mẫu trắng; nghịch đảo của độ dốc chỉ nồng độ của dung dịch $Hg(NO_3)_2$.

CHÚ THÍCH 7 Thể tích của dung dịch NaCl chuẩn bằng thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu tốn khi hiệu chuẩn tương đương với thể tích tiêu tốn khi phân tích dung dịch đo liều chiếu xạ. Lấy hai thể tích khác nhau của mỗi dung dịch chuẩn để có thể kiểm tra chéo. Hàng ngày nên hiệu chuẩn nồng độ dung dịch thủy ngân nitrat.

10 Hiệu chuẩn hệ đo liều

10.1 Trước khi sử dụng một thời gian, hệ đo liều cần được hiệu chuẩn theo qui trình hướng dẫn sử dụng trong đó qui định chi tiết quá trình hiệu chuẩn và các yêu cầu đảm bảo chất lượng. Các yêu cầu hiệu chuẩn được nêu trong ISO/ASTM Guide 51261.

10.2 Chiếu xạ hiệu chuẩn liều kế

Chiếu xạ là một khâu quan trọng trong quá trình hiệu chuẩn hệ đo liều. Chiếu xạ hiệu chuẩn được thực hiện tại phòng thử nghiệm quốc gia hoặc tại phòng thử nghiệm được công nhận, sử dụng các tiêu chí được qui định trong ISO/ASTM Practice 51400.

10.2.1 Qui định liều hấp thụ trong thuật ngữ liều hấp thụ trong nước.

10.2.2 Khi liều kế ECB được sử dụng như liều kế thường xuyên thì việc hiệu chuẩn liều kế có thể thực hiện bằng cách chiếu xạ liều kế ở:

- a) phòng thử nghiệm quốc gia hoặc ở phòng thử nghiệm được công nhận, sử dụng tiêu chí được qui định trong ISO/ASTM Practice 51400.
- b) thiết bị hiệu chuẩn tại chỗ cung cấp liều hấp thụ (hoặc suất liều hấp thụ) có liên kết chuẩn đo lường quốc gia hoặc quốc tế được công nhận; hoặc
- c) thiết bị chiếu xạ sản xuất trong cùng điều kiện chiếu xạ sản xuất thực tế cùng với các liều kế chuẩn hoặc liều kế truyền chuẩn và có liên kết chuẩn đo lường quốc gia hoặc quốc tế được công nhận.

CHÚ THÍCH 8 Nếu theo các qui trình được đưa ra trong Điều 5 đến Điều 9 thì hiệu suất hoá học bởi bức xạ đối với dung dịch đo liều etanol-clobenzen thu được phải phù hợp với các giá trị đưa ra trong Bảng 1 hoặc trong các tài liệu và phải gần như không đổi trên các dải liều. Việc kiểm soát chất lượng của các thử nghiệm đối với dung dịch đo liều có thể thực hiện bằng cách so sánh các thông số của dung dịch đo liều ví dụ như hiệu suất hoá học bởi bức xạ của HCl với các giá trị có thể chấp nhận được. Nếu hiệu suất hoá học bởi bức xạ có sự khác biệt đáng kể với các giá trị trong Bảng 1 hoặc với các tài liệu thì dung dịch này có thể bị nhiễm bẩn hoặc có một số vấn đề khác cần điều chỉnh.

10.2.3 Việc hiệu chuẩn cần được thực hiện đối với tất cả các dung dịch đo liều mới. Nếu qui trình chuẩn bị cho thấy hiệu suất hoá học bởi bức xạ ổn định thì số mức liều hấp thụ yêu cầu đối với việc chiếu xạ hiệu chuẩn có thể được giảm đến mức nhỏ nhất khi kiểm tra độ nhạy và để chỉ ra sự tuyến tính so với liều.

10.3 Hiệu chuẩn và xác nhận hiệu năng của dụng cụ đo

Việc hiệu chuẩn và việc xác nhận hiệu năng của các dụng cụ đo giữa các lần hiệu chuẩn xem ISO/ASTM Guide 51261 và/hoặc sổ tay hướng dẫn thực hiện thiết bị cụ thể.

10.4 Đo liều bằng chuẩn độ thủy ngân

10.4.1 Chuyển dung dịch đo liều đã chiếu xạ vào cốc có mỏ để chuẩn độ. Tráng ống liều kể vài lần với tổng thể tích etanol kỹ thuật là 5 ml sao cho thể tích cuối cùng trong cốc là 10 ml. Thêm 1 ml dung dịch HNO₃ 0,2 mol/l và 7 giọt DPC, chuẩn độ cho đến khi sự đổi màu giống như màu quan sát được khi hiệu chuẩn dung dịch thủy ngân nitrat.

CHÚ THÍCH 9 Nếu đo được liều hấp thụ cao thì sử dụng phần dung dịch đo liều đã chiếu xạ thích hợp, lấy cẩn thận sao cho tổng thể tích trong cốc là 10 ml.

10.5 Phân tích

10.5.1 Nồng độ của ion [Cl⁻] được tạo thành khi phân ly phóng xạ trong liều kế tính được bằng cách trừ lượng mẫu trắng (xem 9.4) từ lượng dung dịch Hg(NO₃)₂ đã dùng.

$$N_{Cl^-} = N_{Hg^{2+}} \times \frac{V_1 - V_0}{V} \quad (4)$$

trong đó:

N_{Cl^-} là đương lượng của ion Cl⁻;

$N_{Hg^{2+}}$ là đương lượng của ion Hg²⁺;

V_1 là thể tích dung dịch Hg(NO₃)₂ dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch Hg(NO₃)₂ dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

V là thể tích của dung dịch đo liều, tính bằng mililit (ml).

10.5.2 Hàm đặc trưng độ nhạy đối với [Cl⁻] thu được theo hàm của liều hấp thụ, D . Điều chỉnh dữ liệu bằng cách dùng phương pháp bình phương nhỏ nhất với công thức phân tích thích hợp sao cho phù hợp nhất với dữ liệu.

10.5.3 Kiểm soát chất lượng của dung dịch đo liều bằng cách tính hiệu suất hoá học bởi bức xạ theo công thức sau:

$$G(Cl^-) = \frac{[Cl^-]}{D \times \rho}$$

trong đó:

D liều hấp thụ từ dung dịch đo liều, Gy;

ρ khối lượng riêng của dung dịch đo liều, kg.m^{-3} .

10.5.4 Các giá trị G (Cl^-) và ρ được đưa ra trong Bảng 1 hoặc trong các tài liệu (3, 11, 22). Hiệu suất hoá học bởi bức xạ tính được phải phù hợp với các giá trị đã công bố về độ không đảm bảo đo. Nếu hiệu suất hoá học bởi bức xạ tính được khác với giá trị đã công bố như lớn hơn độ không đảm bảo đo mở rộng có hệ số phủ $k = 2$ thì chứng tỏ dung dịch bị nhiễm bẩn hoặc có một số vấn đề cần điều chỉnh.

11 Áp dụng hệ đo liều

11.1 Nếu liều kế được sử dụng như một liều kế truyền chuẩn thì dùng tối thiểu hai liều kế cho mỗi phép đo liều hấp thụ. Số liều kế cần dùng để đo liều hấp thụ trên hoặc trong vật liệu được xác định bằng việc ước tính độ không đảm bảo đo của hệ đo liều và độ không đảm bảo đo yêu cầu liên quan đến cách áp dụng. Phụ lục X3 của ASTM E 668 trình bày phương pháp thống kê để xác định số liều kế cần dùng.

11.2 Sử dụng các qui trình đo và phân tích phù hợp theo 10.4 và 10.5.

11.3 Xác định liều hấp thụ từ kết quả phân tích và hàm đặc trưng độ nhạy.

11.4 Lưu hồ sơ các giá trị liều hấp thụ tính được và tất cả các dữ liệu có liên quan được mô tả trong Điều 12.

12 Yêu cầu tối thiểu về hồ sơ

12.1 Hiệu chuẩn hệ đo liều

12.1.1 Lưu hồ sơ loại liều kế và số mẻ liều kế (mã).

12.1.2 Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn ngày, nhiệt độ chiếu xạ, sự thay đổi nhiệt độ (nếu có), dài liều, nguồn bức xạ (bao gồm suất liều và năng lượng), thiết bị sử dụng để hiệu chuẩn tích hợp và phép phân tích các liều kế.

12.1 Áp dụng

12.2.1 Lưu hồ sơ ngày và nhiệt độ chiếu xạ, sự thay đổi nhiệt độ (nếu có), ngày và nhiệt độ khi đo độ hấp thụ đối với mỗi liều kế.

12.2.2 Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn loại nguồn bức xạ và các đặc tính của bức xạ.

TCVN 8229 : 2009

12.2.3 Lưu hồ sơ chất chuẩn độ đã dùng, giá trị sử dụng thực, hiệu chỉnh nhiệt độ (nếu áp dụng) và liều hấp thụ xác định của mỗi liều kế. Viện dẫn đường chuẩn (nếu áp dụng) hoặc hàm độ nhạy được sử dụng để thu được các giá trị liều hấp thụ.

12.2.4 Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn các thành phần của độ không đảm bảo đo trong giá trị liều hấp thụ.

12.2.5 Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn kế hoạch đảm bảo chất lượng đo sử dụng đối với hệ đo liều được áp dụng.

13 Độ không đảm bảo đo

13.1 Phép đo liều cần phải kèm theo độ không đảm bảo đo mới có giá trị.

13.2 Thành phần độ không đảm bảo sẽ được phân thành hai loại sau đây:

13.2.1 Loại A – Được đánh giá bằng phương pháp thống kê, hoặc

13.2.2 Loại B – Được đánh giá bằng phương pháp khác.

13.3 Các cách khác về phân loại độ không đảm bảo đã được dùng rộng rãi và có thể có ích cho báo cáo về độ không đảm bảo. Ví dụ, thuật ngữ độ chụm và độ chệch hoặc sai số ngẫu nhiên và sai số hệ thống (không ngẫu nhiên) được dùng để mô tả các loại độ không đảm bảo đo khác nhau.

13.4 Nếu thực hiện đánh giá độ không đảm bảo theo tiêu chuẩn này, việc đánh giá độ không đảm bảo mở rộng của liều hấp thụ được xác định bởi hệ đo liều này phải nhỏ hơn 3 % với hệ số phủ $k = 2$ (tương ứng với độ tin cậy khoảng 95 % đối với phân bố chuẩn) (22).

CHÚ THÍCH 10 Nhận biết độ không đảm bảo đo loại A và loại B dựa trên phương pháp đánh giá độ không đảm bảo đo Tổ chức tiêu chuẩn hoá quốc tế (ISO) trong tài liệu Hướng dẫn đánh giá độ không đảm bảo đo, xuất bản năm 1995 (23). Mục đích dùng loại đặc trưng này là để tăng cường sự hiểu biết về độ không đảm bảo được xây dựng như thế nào và cung cấp cơ sở để so sánh quốc tế về kết quả đo.

CHÚ THÍCH 11 ISO/ASTM Guide 51707 xác định các khả năng về độ không đảm bảo đo trong phép đo thực hiện trong thiết bị xử lý chiếu xạ và đưa ra quy trình đánh giá độ không đảm bảo đo của phép đo liều hấp thụ sử dụng hệ đo liều. Tài liệu này đưa ra và bàn luận các khái niệm cơ bản về phép đo, bao gồm đánh giá giá trị định lượng, giá trị "đúng", sai số và độ không đảm bảo đo. Thành phần của độ không đảm bảo đo được xem xét và đưa ra phương pháp đánh giá chúng. Tài liệu này cũng đưa ra các phương pháp tính độ không đảm bảo đo chuẩn kết hợp và độ không đảm bảo đo mở rộng (tổng thể).

Phụ lục A

(Tham khảo)

A.1 Máy đo quang phổ

A1.1 Thiết bị, dụng cụ

A1.1.1 Để phân tích dung dịch đo liều sử dụng máy đo quang phổ có độ chính xác cao có thể đo giá trị hấp thụ tới 2 với độ không đảm bảo đo không lớn hơn $\pm 1\%$ trong vùng từ 400 nm đến 500 nm. Sử dụng cuvet thạch anh có quãng chạy từ 10 mm đến 100 mm cho các phép đo quang phổ của dung dịch. Dung tích của cuvet cần đủ nhỏ để có thể được tráng kỹ bằng dung dịch hỗn hợp thứ cấp mà dung dịch vẫn còn đủ lượng thích hợp cho việc đo độ hấp thụ. Cần kiểm soát nhiệt độ của tất cả dung dịch thử, của dụng cụ thủy tinh, dung môi và dung dịch đo liều ở nhiệt độ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong suốt quá trình đo độ hấp thụ.

A1.2 Hiệu chuẩn máy đo quang phổ

A1.2.1 Kiểm tra thang bước sóng của máy đo quang phổ. Các chuẩn bước sóng thích hợp là bộ lọc oxyt honmi hoặc các dung dịch và có thể có được từ các nhà máy sản xuất máy đo quang phổ hoặc từ các nhà cung cấp thiết bị thử nghiệm khoa học khác. Chi tiết hơn xem ASTM Practices E 275, E 925 và E 958.

CHÚ THÍCH A.1.1 Ví dụ, dung dịch oxit honmi trong những cuvet được hàn kín là những chuẩn bước sóng được công nhận có bán sẵn (SRM 2034) để sử dụng trong vùng có bước sóng từ 240 nm đến 650 nm được cung cấp từ Viện Tiêu chuẩn và Công nghệ quốc gia (NIST) (trước kia là Tổng cục tiêu chuẩn quốc gia).

A1.2.2 Kiểm tra độ chính xác của thang phổ kế (độ hấp thụ) của máy đo quang phổ. Các bộ lọc chuẩn hấp thụ hoặc dung dịch được công nhận có bán sẵn với mục đích sử dụng này (24).

CHÚ THÍCH A.1.2 Ví dụ về các chuẩn hấp thụ dạng dung dịch với các nồng độ khác nhau như SRM 931 d và SRM 935 và các bộ lọc kim loại, thạch anh như SRM 2031. Các chuẩn này có sẵn ở NIST.

A1.3 Chiếu xạ và qui trình đo

A1.3.1 Chiếu xạ hiệu chuẩn liều kế

Tách riêng năm liều kế từ mẻ còn lại và không chiếu xạ chúng. Sử dụng chúng để xác định A_0 và tiến hành qui trình đo theo 10.2 đối với phần còn lại.

A1.3.2 Sự diễn biến màu thứ cấp

Đổ một lượng dung dịch đo liều đã chiếu xạ vào bình định mức 25 ml. Thêm 1,5 ml dung dịch HClO_4 5,25 mol/l, 50 μl dung dịch $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0,37 mol/l và 0,5 ml dung dịch còn bão hoà của $\text{Hg}(\text{SCN})_2$, sau

TCVN 8229 : 2009

đó thêm 96 % thể tích etanol đến vạch. Sau 5 min trong tối màu sẽ phát triển và đo được so với dung dịch đã được chuẩn bị giống mẫu nhưng dùng dung dịch đo liều không chiếu xạ (mẫu trắng) trong cuvet 5 cm của máy đo quang phổ.

CHÚ THÍCH A1.3 Chọn quang chạy của cuvet dựa vào độ hấp thụ tối đa để có thể đo chính xác bằng máy đo quang phổ trong dải liều và công thức liều kế được chọn đối với sự hiệu chuẩn đã cho.

A1.3.3 Phép đo

A1.3.3.1 Đặt độ rộng băng phổ của máy đo quang phổ không lớn hơn 1 nm và duy trì nhiệt độ phòng trong quá trình đo ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Xác định chính xác bước sóng của đỉnh hấp thụ của dung dịch bằng cách quét phổ của mẫu đã chiếu xạ. Bước sóng đỉnh vào khoảng 485 nm.

A1.3.3.2 Chỉnh máy đo quang phổ về không (0) với không khí (không có cuvet) trong ánh sáng thường.

A1.3.3.3 Đổ 96 % thể tích etanol vào cuvet 5 cm sạch. Lau cẩn thận mặt ngoài của cuvet cho chùm ánh sáng đi qua bằng băng gạc hoặc vải bông sạch. Đo độ hấp thụ với không khí ở chùm tia chuẩn của máy đo quang phổ. Ghi lại giá trị này (A_0).

A1.3.3.4 Đổ etanol 96 % thể tích từ cuvet và tráng ít nhất một lần bằng dung dịch từ bình định mức. Loại bỏ dung dịch tráng và đổ vào cuvet một lượng thích hợp dung dịch từ cùng một bình định mức. Lau cẩn thận bề mặt bên ngoài của cuvet để loại bỏ mọi hoá chất dính bẩn như hương dẫn trong A1.3.3.3. Đặt cuvet vào giá đựng mẫu và đo độ hấp thụ.

CHÚ THÍCH A.1.4 Tráng rửa cuvet không đúng cách giữ mỗi lần đổ dung dịch đo liều có thể dẫn đến sai số do nhiễm bẩn (nhiễm chéo). Kỹ thuật để giảm thiểu những ảnh hưởng này được thảo luận trong Tài liệu tham khảo (24).

A1.3.3.5 Kiểm tra điểm cân bằng 0 sau khi đo mỗi dung dịch với không khí trong chùm ánh sáng thường. Trong quá trình đo, định kỳ đo lại độ hấp thụ của 96 % thể tích etanol, trước tiên nên tráng cuvet bằng dung môi để tránh sự sôi điểm 0 của máy đo quang phổ hoặc sự nhiễm bẩn của cuvet và nếu cần thì tiến hành các hoạt động hiệu chỉnh thích hợp.

A1.3.4 Phân tích

A1.3.4.1 Tính độ hấp thụ trung bình của các liều kế không chiếu xạ A_0 (xem A1.3.1). Tính số gia độ hấp thụ, ΔA , đối với mỗi liều kế đã chiếu xạ bằng cách trừ A_0 từ độ hấp thụ của nó, A , như sau:

$$\Delta A = A - A_0 \quad (\text{A1.1})$$

A1.3.4.2 Hàm đặc trưng độ nhạy thu được đối với ΔA là một hàm của liều hấp thụ, D . Điều chỉnh dữ liệu bằng cách dùng phương pháp bình phương nhỏ nhất với công thức phân tích thích hợp sao cho phù hợp nhất với dữ liệu.

A1.3.4.3 Công thức cơ bản để tính hiệu suất hoá học bức xạ trong dung dịch đo liều như sau:

$$G = \Delta A v / \rho \epsilon D_D d \quad (\text{A1.2})$$

trong đó:

G hiệu suất hoá học bức xạ ion clo, mol J⁻¹,

ΔA sự thay đổi độ hấp thụ ở bước sóng khoảng 485 nm,

v hệ số pha loãng,

ρ khối lượng riêng của dung dịch đo liều, kg.m⁻³,

ϵ hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử, m².mol⁻¹,

D_D liều hấp thụ trong dung dịch đo liều, Gy, và

d độ dày quang học của cuvet, m.

Các giá trị đã công bố của G và ρ có trong Bảng 1 và trong tài liệu. Hiệu suất hoá học bởi bức xạ tính được phải phù hợp với các giá trị đã công bố trong độ không đảm bảo đo mở rộng.

A1.3.4.4 Đối với nhiệt độ chiếu xạ và nhiệt độ đo hấp thụ là 20 °C, trong cuvet 5 cm, hệ số pha loãng là 5 và giá trị sử dụng $\epsilon = 399 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$ ở bước sóng 485 nm, công thức A1.2 giảm còn:

$$G = 0,2505 \frac{\Delta A}{D_D \rho} \quad (\text{A1.3})$$

A2. Đo độ dao động

A2.1 Máy đo độ dao động

A2.1.1 Máy đo độ dao động có thiết bị đọc bao gồm bộ điều khiển và bộ dao động được gắn cùng với bộ đỡ ống.

A2.1.2 Các ống liều kế chưa chiếu xạ hoặc đã chiếu xạ được đặt vào bộ đỡ để đọc độ dẫn cao tần. Chiếu xạ sẽ tạo nên những nồng độ khác nhau của các vật dẫn trong dung dịch vì vậy sẽ có những kết quả đo khác nhau (25,26).

A2.1.3 Sự phụ thuộc vào nồng độ của vật dẫn trong liều hấp thụ sẽ cho dải độ nhạy khác nhau được đặt trong đơn vị đo.

TCVN 8229 : 2009

A2.2 Hiệu chuẩn

A2.2.1 Chiếu xạ hiệu chuẩn liều kế

Tách riêng một liều kế từ mẻ còn lại và không chiếu xạ. Điều chỉnh thiết bị về điểm 0. Quy trình còn lại thực hiện theo Điều 10.2.

CHÚ THÍCH A2.1 Đối với các phép đo bằng máy đo độ dao động thì kích thước của ống, cụ thể là đường kính và độ dày của ống cần phải được kiểm tra để các ống này giống nhau về kích thước. Để đạt độ chính xác phù hợp trong giá trị liều đo được ($\pm 5\%$), đường kính của các ống chênh lệch không quá 0,1 mm so với đường kính của ống chuẩn.

A2.2.2 Chuẩn bị đường chuẩn⁶⁾

Để dựng đường chuẩn biểu thị mối liên hệ giữa liều hấp thụ và số đo của thiết bị, có thể đặt máy đo độ dao động theo hai cách:

A2.2.2.1 Sử dụng nút "độ nhạy thô" để đặt khoảng nhạy của dao động kế. Vặn nút "Tăng – Giảm" về vị trí "Tăng". Đặt liều kế chưa chiếu xạ vào và chỉnh điểm 0 bằng nút "Bù thô" và "Bù tinh". Vặn nút "Nhạy tinh" về vị trí cực đại. Đặt ống liều kế với liều hấp thụ đã biết vào và ghi số đo của máy. Khi chỉ số vượt ngoài thang đo thì thay đổi độ nhạy bằng việc sử dụng nút "Nhạy thô". Bằng cách này đường chuẩn có thể nằm trong dải liều từ 1 kGy đến 50 kGy và có thể biểu diễn bằng phương trình toán học. Để hiệu chỉnh máy cho những phép đo sau ống hiệu chuẩn với liều biết trước yêu cầu chọn khoảng nhạy phù hợp. với vị trí khác nhau của nút "Bù thô" có thể có đường chuẩn trong dải 50 kGy đến 100 kGy và 100 kGy đến 300 kGy tương ứng.

A2.2.2.2 Để thực hiện các phép đo độ dao động trong các dải liều hẹp (từ 1 kGy đến 3 kGy, từ 3 kGy đến 15 kGy .v.v...) sử dụng mạch bù và các ống hiệu chuẩn tương ứng với dải liều thấp (1/10) và dải liều cao (2/3) của dải liều đã cho tương ứng. Sau đó đo các ống liều kế với liều đã biết và ghi lại các kết quả đo. Lưu giữ hai ống hiệu chuẩn nói trên và đặt lại dải liều tương ứng.

A2.3 Quy trình đánh giá liều

A2.3.1 Đặt máy đo độ dao động theo dải liều yêu cầu như mô tả trong A2.2.

A2.3.2 Đặt ống liều kế cần đo vào máy và ghi số đo. Sử dụng đường chuẩn hoặc hàm độ nhạy (ví dụ: đa thức bậc 3) để xác định liều hấp thụ.

CHÚ THÍCH A2.2 Do nhiệt độ ảnh hưởng tới tính dẫn của dung dịch nên điều quan trọng là phải lưu ý là nhiệt độ của ống hiệu chuẩn và nhiệt độ của ống liều kế cần đo phải như nhau. Vì vậy, các ống này cần được lưu giữ cùng một điều kiện trước khi đo ít nhất 30 min. Để tránh nhiệt độ của ống bị tăng lên trong quá trình đo, không nên để ống trong máy lâu hơn thời gian của một phép đo (1 s đến 5 s) và không được giữ trong tay trong thời gian dài hơn. Trong trường hợp nhiệt độ đo khác nhiều so với nhiệt độ khi xác lập đường chuẩn thì cần phải hiệu chỉnh (0,17 %/°C).

⁶⁾ Quy trình này áp dụng cho máy đo độ dao động kiểu OK-302/1 từ Công ty Radelkis, Hungary. Tham khảo sổ tay hướng dẫn đối với các kiểu máy đo độ dao động khác nhau. Thiết bị đọc độ dao động mới của Công ty Sensolab, Hungary có chương trình đơn vị bằng số với quy trình khác đôi chút. Quy trình này có bán sẵn từ các nhà sản xuất.

A3. Thông tin bổ sung

A3.1 Những thông tin này chỉ hướng dẫn khi các đặc tính của phương pháp đọc có sẵn và các thiết bị đọc có thể thay đổi.

A3.2 Các đặc tính của vài phương pháp đọc thử nghiệm được đưa ra trong Bảng A3.1. Trong Bảng chỉ đề cập đến liều tối thiểu. Liều tối đa không bị giới hạn bởi phương pháp phân tích vì có thể áp dụng sự pha loãng thích hợp để có thể có được nồng độ dung dịch đo để đạt kết quả tối ưu.

Bảng A3.1 – Một số phương pháp đo được áp dụng

Phương pháp	Nguyên tắc của phép đo	Loại được đo	Nồng độ tối thiểu của loại được đo	Liều tối thiểu (Gy) trong đó $G(\text{HCl}) = 0,5 \mu\text{mol.J}^{-1}$	Tài liệu tham khảo
Đo quang phổ	hấp thụ hợp chất ferric-SCN	Cl^-	3×10^{-6}	10	(11)
Đo điện thế	ion Cl^- điện thế electron đặc trưng	Cl^-	6×10^{-6}	20	(27)
Đo độ dẫn điện	điện trở đảo chiều	HCl	2×10^{-5}	50	(28)
Chuẩn độ thủy ngân	thay đổi màu Diphenylcarbazon	Cl^-	4×10^{-5}	100	(21)
Chuẩn độ kiềm	thay đổi màu xanh Bromophenol	H^+	4×10^{-5}	100	(21)
So màu	sự phát điện của ion Ag^+ được kiểm soát thời gian	Cl^-	4×10^{-5}	100	(9)
Đo pH	điện cực ion H^+ có điện thế đặc trưng	H^+	4×10^{-5}	100	(29)
Đo dao động	độ dẫn điện cao tần	HCl	4×10^{-4}	1000	(26)

A3.3 Một số nhà cung cấp thiết bị đo phù hợp với liều kế ECB ghi trong Bảng A3.2

Bảng A3.2 – Một số nhà cung cấp thiết bị đo phù hợp với liều kế ECB

Phương pháp	Thiết bị	Nhà cung cấp
Đo quang phổ	Máy đo quang phổ	Nhiều nhà cung cấp
Đo điện thế	Máy phân tích clorua HAG 1	Strohleln GmbH và Công ty Postfach 1460 4044 Kaarst 1, Đức
Đo độ dẫn điện	Máy đo độ dẫn điện	Nhiều nhà cung cấp
Chuẩn độ	Buret	Nhiều nhà cung cấp
So màu	Máy đo clorua CCM.1	Thiết bị Chemlab, Công ty trách nhiệm hữu hạn Homminster House 129, đường Upminster Hornchuch, Essex RM 11 3XJ, Anh
	Máy đo clorua 921	Corning Medical, Công ty trách nhiệm hữu hạn Corning Halstead, Essex CO9 2DX, Anh
	Máy đo clorua [*]	Tập đoàn thiết bị Haake Buchler 244 đường Saddle River P.O.Box 549, Saddle Brook, NJ 07662, Mỹ
	ET-1 máy chuẩn độ electron microtitre [*]	Tập đoàn thiết bị máy móc về độ chụm quốc tế 375 Quinnplac Ave.New Haven, CT 06513, Mỹ
Đo pH	Máy đo pH	Nhiều nhà cung cấp
Đo dao động	Máy đo độ dao động	Công ty trách nhiệm hữu hạn Sensolab Torok Ignac utca 2131 God, Hungary

A3.4 Một số nhà cung cấp liều kế ECB đưa ra trong Bảng A3.3.

Bảng A3.3 – Một số nhà cung cấp liều kế ECB

Viện nghiên cứu đồng vị	Bức xạ hoá học và hệ đo liều
Học viện khoa học Hungary	Phòng thử nghiệm
P.O.Box 77	Viện "Ruder Boskovic"
H-1525 Budapest	Bijencka cesta 54, P.O.Box 1016
Hungary	10000 Zagreb
Điện thoại: 36 (1) 3959-268	Croatia
Fax: 36 (1) 3959-268	Điện thoại: 385-1-4561-175
Telex: (61) 225360 Izot h	Fax: 385-1-4680-098

Thư mục tài liệu tham khảo

- (1) Ražem, D., and Dvornik, I., "Application of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimeter to Electron-Beam and Gamma-Radiation Dosimetry II Cobalt-60 Gamma Rays," *Proceedings of IAEA Symposium on Dosimetry in Agriculture, Industry, Biology, and Medicine*, Vienna, 1972. IAEA, Vienna. 1973. pp. 405-419.
- (2) Dvornik, I., Ražem, D., and Barié, M., "Application of the Etanol-clobenzen Dosimeter to Electron-Beam Dosimetry: Pulsed 10 MeV Electrons," *Proceedings of IAEA Symposium on Large Radiation Sources for Industrial Processes*, Munich, 1969; IAEA, Vienna, 1969, pp. 613-622.
- (3) Kovacs, A., and Miller, A., "Use of Ethanol-Monochlorobenzene Dosimeters at Electron Accelerators", *Radial. Phys. Chem.*, 36,1990, pp. 709-713.
- (4) Mehta. K., Kojima. T., and Sunaga, H., "Applicability Study on Existing Dosimetry Systems to High-Power Bremstrahlung Irradiation," *Radiat Phy. Chem.*, 68, 2003, pp 959-962.
- (5) Miljanié, S., Ražem, D.. and Dvornik, I., "Energy Independence of the Radiation Chemical Yield G(Cl[•]) of Etanol-clobenzen Dosimeter Solutions for Ionizing Photon Irradiations," *Appl Radiat. Isot.*, 1993, pp. 711-718.
- (6) Miljanié, S., and Ražem, D., "The Effects of Size and Shape of Irradiation Vessel on the Response of Some Chemical Dosimi Systems to Photon Irradiation," *Radial. Phys. Chem.*, 47,1996. 653-662.
- (7) Ražem, D., and Dvornik, I., "Scavenging of Electrons Prior Thermatization in Ethanol," *J. Phys. Chem.*, 84, 1980, pp. 3577-3581.
- (8) Kovács. A., Wojnarovits, L., Foldiak. G., and Horvath, A., "Radiation Induced Reactions in the Ethanol-Monochlorobenzene Dosimi Solution," *Radial. Phys. Chem.*, 41, 1993, pp. 521-526.
- (9) Ražem, D., Dvornik, I., "Etanol-clobenzen Dosimetry for Absorbed Doses Below 1 kGy," *Appl Radiat, Isot*, 38, 1987, pp.1019-1025.
- (10) Hoang Hoa, M., and Ražem, D., "Temperature Effects on the Etanol-clobenzen Dosimeter (Dvornik Dosimeter)," *Appl Radiat Isot.*, 42. 1991. pp. 637-641.
- (11) Ražem, D., Oéié, G., Jamiéiê, J., and Dvornik, I., "Application of the Etanol-clobenzen Dosimeter to Electron-Beam and Gamma Radiation, IV. Spectrophotometry of Coloured Secondary Complexes," *Int. J. Appl Radial. Jsot.*, 32, 1981, pp. 705-711.

- (12) Kovács, A., Baranyai, L., and Wojnarovits, L.. "Characterization of Fluorimetric, Oscillometric and Radiochromic Dye Film Dosimeter under Processing Conditions at Electron Accelerators," *Final Report of the Co-ordinated Research Project on Characterization and Evaluation of High Dose Dosimetry Techniques for Quality Assurance in Radiation Processing*, IAEA-TECDOC-1156, IAEA, Vienna, 2000, pp. 71-79.
- (13) Kovács, A., "Study of Applicability of Routine Methods in Electron Beam and Bremsstrahlung Dosimetry," Private Communication.
- (14) Ražem, D., and Dvornik, I., "Application of the Etanol-clobenzen Dosimeter to Electron-Beam and Gamma-Radiation Dosimetry: III. Tissue Equivalent Dosimetry," *Proceedings of IAEA Symposium on Radiation Preservation of Food. Bombay, 1972*. IAEA, Vienna, 1973, pp. 537-547.
- (15) Miller, A., and McLaughlin, W. L., "Calculation of the Energy Dependence of Dosimeter Response to Ionizing Photons," *Int J. Appl Radiat Isot*, 33, 1982, pp 1299-1310.
- (16) Miller, A., "Calculation of Energy Dependence of Some Commonly Used Dosimeters," *Proceedings of IAEA Symposium on High-Dose Dosimetry*, Vienna, 1984; IAEA, Vienna, 1985, pp. 425-436.
- (17) Miljanić, S., and Ražem, D., "Energy Absorption Characteristics of Ethanol-Chlorobenzene Dosimeter." *Radiat Phys. Chem.*, 46, 1995, pp. 1251-1254.
- (18) Coninckx, F, Schonbacher, H, Tavlet, M, Paić, G., and Ražem, D., "Comparison of High-Dose Dosimetry Systems for Radiation Damage Studies in Collider Detectors and Accelerators," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 83, 1993, pp. 181-188.
- (19) Miljanić, S., Miljanić, Đ., and Blagus, S.. "Response of the Chlorobenzene-based Dosimetry Systems to Protons in the Energy Range 3-5.5 MeV." *Radiat Phys. Chem.*, 51 1998, pp.185-189.
- (20) Kovács, A., and Stenger, V. "Environmental Effects on the Ethanol-Monochlorobenzene Dosimeter System Before, During and After Irradiation," *Proceedings of Final Research Co-ordination Meeting: Research in Radiation Processing Dosimetry*, Munich, 1983; IAEA-TECDOC-321, IAEA, Vienna, 1984, pp. 91-139.
- (21) Dvornik, I., "The Etanol-clobenzen Dosimeter." *Manual on Radiation Dosimetry*. Holm, N. W., and Berry, R.J., eds., Marcel Dekker, Inc., New York, NY, 1970, pp. 345-349.
- (22) Ražem, D, Anđelić, Lj., Dvornik, I., "Consistency of Etanol-clobenzen Dosimetry," *Proceedings of IAEA Symposium on High-Dose Dosimetry*, Vienna, 1984; IAEA, Vienna, 1985, pp. 143-156.

- (23) "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement," International Organization for Standardization, 1995 ISBN 92-67-10188-9. Available from the International Organization for Standardization, 1 rue de Varembé, Case Postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland.
- (24) Burke, R. W., and Mavrodineanu, R., "Standard Reference Materials: Certification and Use of Acidic Potassium Dichromate Solutions as an Ultraviolet Absorbance Standard—SRM 935," *NBS Special Publication 260-54*, 1977.
- (25) Blaedel, W. J., and Petitjean, D. L., "High-Frequency Method of Chemical Analysis," *Physical Methods in Chemical Analysis*, Vol III, Berl, W. G., ed., Academic Press, New York, NY, 1956. pp. 107-134.
- (26) Horváth, Zs., Bányai, E., Foldiák, G., "The Radiofrequency (Oscil-lometric) Alcoholic Chlor Benzene Dosimeter" *Radiochimica Acta*, 13, 1970, pp. 150-152.
- (27) Musié, S., Bonifacié, M., Vlatković, M., "Potentiometric Determina- tion of Chlorides Formed by Radiolysis of Chlorobenzene in n-Hexane," *Croatica Chemica Acta*, 46, 1974, pp. 89-92.
- (28) Kovács, A., Stenger, V., Földiák, G., Legeza, L., "Evaluation of Irradiated Ethanol-Monochlorobenzene Dosimeters by Conductivity Method." *Proceedings of IAEA Symposium on High Dose Dosimetry*, Vienna. 1984; IAEA, Vienna, 1985, pp. 135-142.
- (29) Kovács, A., Stenger, V., Földiák, G., "Evaluation Methods of the Ethanol-Monochlorobenzene Dosimeter System," *Proceedings of 6th Tihany Symposium on Radiation Chemistry*, Vol II, Hedvig, P., Nyikos, L., Schiller, R. eds., Akademiai Kiado, Budapest, 1987, pp. 701-709.
-