

**TCVN 7913:2008**  
**ISO/ASTM 51401:2003**

Xuất bản lần 1

**TIÊU CHUẨN THỰC HÀNH**  
**SỬ DỤNG HỆ ĐO LIỀU DICROMAT**

*Standard Practice for Use of a Dichromate Dosimetry System*



## Lời nói đầu

TCVN 7913:2008 hoàn toàn tương đương với ISO/ASTM 51401:2003;

TCVN 7913:2008 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 dicromat <sup>1)</sup>

### *Standard Practice for Use of a Dichromate Dosimetry System*

#### 1 Phạm vi áp dụng

**1.1** Tiêu chuẩn này bao gồm việc chuẩn bị, thử nghiệm và quy trình sử dụng hệ đo liều bạc dicromat trong dung dịch axit để đo liều hấp thụ trong nước khi được chiếu bằng bức xạ ion hoá. Hệ này bao gồm liều kế và các thiết bị phân tích thích hợp. Để đơn giản, hệ này được gọi là hệ dicromat. Hệ này được phân loại là hệ đo liều chuẩn chính (xem ISO/ASTM Guide 51261).

**1.2** Tiêu chuẩn này mô tả các quy trình phân tích quang phổ đối với hệ dicromat.

**1.3** Tiêu chuẩn này chỉ áp dụng với các tia  $\gamma$ , tia x/bức xạ hãm và các điện tử có năng lượng cao.

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

**1.4.1** Dải liều hấp thụ từ  $2 \times 10^3$  Gy đến  $5 \times 10^4$  Gy.

**1.4.2** Suất liều hấp thụ không vượt quá 600 Gy/xung (12,5 xung trên một giây) hoặc không vượt quá một suất liều tương đương 7,5 kGy/s từ các nguồn bức xạ liên tục [1] <sup>2)</sup>.

**1.4.3** Đối với các 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 ban đầu của điện tử tới được sử dụng để sinh ra các photon hãm phải bằng hoặc lớn hơn 2 MeV. Đối với các chùm điện tử thì năng lượng điện tử ban đầu phải lớn hơn 8 MeV.

---

<sup>1)</sup> 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 Đo liều quá trình bức xạ và cũng thuộc phạm vi thẩm quyền của ISO/TC 85/WG 3.

Ấn bản hiện hành được thông qua vào ngày 27 tháng 2 năm 2003, được xuất bản ngày 15 tháng 7 năm 2003, nguyên bản là ASTM E 1401-91. ASTM E 1401-96 được ISO thông qua vào năm 1998 với số hiệu tiêu chuẩn là ISO 15561:1998. Tiêu chuẩn ASTM/ISO 51401:2005 hiện hành là bản soát xét chính của ISO/ASTM 51401:2002 và thay thế ISO 15561.

<sup>2)</sup> Số in đậm trong dấu ngoặc đơn viện dẫn trong Tài liệu viện dẫn ở cuối Tiêu chuẩn này.

## TCVN 7913:2008

CHÚ THÍCH 1 Các giới hạn dưới của năng lượng đã cho thích hợp với các ống liều kế hình trụ có đường kính 12 mm. Cần hiệu chỉnh hiệu ứng chiếm chỗ và phân bố liều dọc theo ống liều kế khi đo với bức xạ chùm điện tử [2]. Hệ dicromat có thể sử dụng tại mức năng lượng thấp hơn bằng cách sử dụng các ống liều kế mỏng hơn (theo chiều của chùm tia) (xem báo cáo ICRU số 35).

**1.4.4** Nhiệt độ khi chiếu xạ của liều kế phải lớn hơn 0 °C và nhỏ hơn 80 °C.

CHÚ THÍCH 2 Hệ số hiệu chỉnh độ nhạy theo nhiệt độ của liều kế chỉ được biết đến trong dải nhiệt độ từ 5 °C đến 50 °C (xem 4.3). Nếu chiếu xạ ngoài dải nhiệt độ này thì yêu cầu phải xác định hệ số hiệu chỉnh độ nhạy theo nhiệt độ đó.

**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 khoẻ và xác định khả năng áp dụng các giới hạn luật định trước khi sử dụng. Các chú ý cụ thể được nêu trong 8.3

## 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.

### 2.1 Tiêu chuẩn ASTM

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 công nghiệp)<sup>3)</sup>.

ASTM E 170 Terminology Relating to Radiation Measurements and Dosimetry (Thuật ngữ liên quan đến các phép đo bức xạ và đo liều)<sup>4)</sup>.

ASTM E 178 Practice for Dealing with Outlying Observations (Thực hành đối với việc quan sát ở xa)<sup>5)</sup>.

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)<sup>6)</sup>.

ASTM E 666 Practice for Calculating Absorbed Dose from Gamma or X-Radiation (Thực hành về tính toán liều hấp thụ của bức xạ gamma hoặc tia X)<sup>4)</sup>.

---

<sup>3)</sup> Sổ tay tiêu chuẩn ASTM tập 15.02

<sup>4)</sup> Sổ tay tiêu chuẩn ASTM tập 12.02

<sup>5)</sup> Sổ tay tiêu chuẩn ASTM tập 14.02

<sup>6)</sup> Sổ tay tiêu chuẩn ASTM tập 03.06

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 điện tử)<sup>4)</sup>.

ASTM E 925 Practice for the Periodic Calibration of Narrow Band-Pass Spectrophotometers (Thực hành hiệu chuẩn định kỳ các quang phổ kế truyền qua dải hẹp)<sup>6)</sup>.

ASTM E 958 Practice for Measuring Practical Spectral Bandwidth of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers (Thực hành đo thực tế dải thông phổ của quang phổ kế tử ngoại và nhìn thấy)<sup>6)</sup>.

ASTM E 1026 Practice for Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System (Thực hành về cách sử dụng hệ liều kế chuẩn Fricke)<sup>4)</sup>.

## **2.2 Tiêu chuẩn ISO/ASTM**

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 trong phép đo liều bức xạ).

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

## **2.3 Báo cáo của Cơ quan Quốc tế về các Đơn vị và các Phép đo liều bức xạ (ICRU)<sup>7)</sup>**

ICRU Report 35 Radiation Dosimetry: Electron with Energies Between 1 and 50 MeV (Báo cáo số 35 của ICRU về đo liều bức xạ đối với chùm electron với năng lượng trong khoảng từ 1 MeV đến 50 MeV).

ICRU Report 60 Fundamental Quantities and Units for Ionizing Radiation (Báo cáo số 60 của ICRU về các 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**

**Số gia của độ hấp thụ, ( $\Delta A$ ) [Net absorbance, ( $\Delta A$ )]**

---

<sup>7)</sup> Ủy ban quốc tế về các phép đo và các đơn vị đo bức xạ (ICRU). 7910 Woodmont Ave., Bethesda, MD 20814, Mỹ

## TCVN 7913:2008

Sự thay đổi độ hấp thụ quang đo được tại bước sóng đã lựa chọn, xác định bởi sai số tuyệt đối giữa độ hấp thụ trước chiếu xạ,  $A_0$  và độ hấp thụ sau chiếu xạ,  $A$ , như sau:

$$\Delta A = |A - A_0| \quad (1)$$

### 3.1.2

#### Liều kế chuẩn chính (Reference-standard dosimeter)

Liều kế có chất lượng cao được dùng như một chuẩn để cung cấp các phép đo chuẩn đã được xác nhận bởi phép đo dùng liều kế chuẩn đầu.

**3.2** 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. Định nghĩa trong E 170 phù hợp với ICRU 60, do đó ICRU 60 có thể sử dụng làm tài liệu tham khảo thay thế.

## 4 Ý nghĩa và ứng dụng

**4.1** Hệ dicromat cung cấp phương pháp tin cậy để đo liều hấp thụ trong nước. Phương pháp này dựa trên quá trình khử các ion dicromat thành ion cromic trong dung dịch axit bằng bức xạ ion hoá.

**4.2** Liều kế dicromat là dung dịch chứa các ion bạc và ion dicromat trong axit perchloric đựng trong vật chứa thích hợp như ống thuỷ tinh được hàn kín. Dung dịch này chỉ thị liều hấp thụ bằng sự thay đổi độ hấp thụ quang tại bước sóng qui định [3]. Sử dụng máy đo quang phổ đã được hiệu chuẩn để đo độ hấp thụ này.

### 4.3 Ảnh hưởng của nhiệt độ chiếu xạ

**4.3.1** Độ nhạy của liều kế phụ thuộc vào nhiệt độ chiếu xạ và xấp xỉ bằng - 0,2 % trên °C trong khoảng nhiệt độ từ 25 °C đến 50 °C. Tại nhiệt độ thấp hơn 25 °C, sự phụ thuộc này nhỏ hơn. Độ nhạy của liều kế ở dải nhiệt độ từ 5 °C đến 50 °C đưa ra trong Bảng 1, trong đó độ nhạy tại nhiệt độ đã cho được lập thành bảng liên quan đến độ nhạy ở 25 °C [4, 5].

**Bảng 1 – Ảnh hưởng của nhiệt độ chiếu xạ đối với độ nhạy của liều kế**

Nhiệt độ, °C	Độ nhạy tương đối	Nhiệt độ, °C	Độ nhạy tương đối
5	1,020	30	0,992
10	1,017	35	0,983
15	1,013	40	0,972
20	1,007	45	0,960
25	1,000	50	0,948



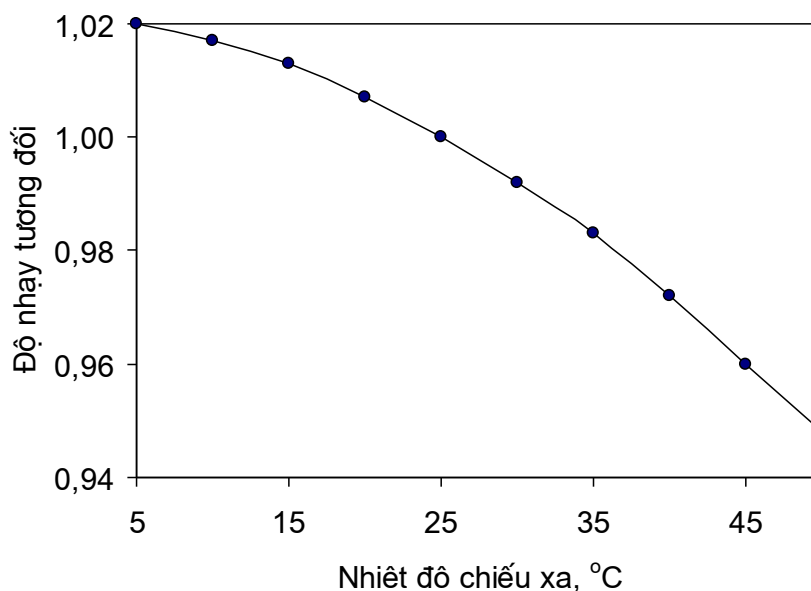
4.3.2 Số liệu trong Bảng 1 có thể vẽ thành đồ thị như Hình 1 với phương trình đường cong tương ứng là:

$$R_t = b_0 + b_1 \times t^{b_2} \quad (2)$$

trong đó

$R_t$  là độ nhạy của liều kế tại nhiệt độ  $t$  quy về độ nhạy tại 25 °C.

Đường cong thu được số liệu trên có dạng như Hình 1.



Hình 1 – Độ nhạy tương đối của liều kế dicromat là một hàm của nhiệt độ chiếu xạ.

Đồ thị theo phương trình 2 với các thông số được xác định như sau:

$$b_0 = 1,021; b_1 = - 6,259 \times 10^{-5}, b_2 = 1,806$$

4.4 Không quan sát thấy ảnh hưởng do ánh sáng môi trường (thậm chí cả ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp) lên dung dịch dicromat trong các ống thủy tinh [6].

4.5 Đối với việc hiệu chuẩn bằng các photon, liều kế dicromat cần được chiếu xạ trong các điều kiện gần đúng cân bằng điện tử.

4.6 Liều hấp thụ trong vật liệu khác không phải nước được chiếu xạ trong các điều kiện tương đương có thể được tính theo các qui trình trong ASTM Practice E666, ASTM Practice E668 và ISO/ASTM Guide 51261.

4.7 Độ nhạy của liều kế dicromat phụ thuộc vào loại liều kế và năng lượng bức xạ được sử dụng. Ví dụ độ nhạy của chùm điện tử năng lượng cao (10 MeV) được ghi lại là xấp xỉ 3 %, thấp hơn so với độ nhạy ở bức xạ Co-60 [2]. Liều kế phải được hiệu chuẩn trong trường bức xạ cùng loại và cùng năng lượng như trong trường bức xạ mà nó được áp dụng để đo.

## TCVN 7913:2008

**4.8** Dung dịch đo liều được chuẩn bị sẵn như mô tả trong tiêu chuẩn này, các bước cần phải thực hiện để tránh nhiễm bẩn. Dung dịch đo liều được bảo quản hoặc được chứa trong các chai thủy tinh hàn kín (ví dụ các ống thủy tinh) để bảo đảm tính ổn định trước và sau khi chiếu xạ.

## 5 Sự nhiễu tạp

**5.1** Độ nhạy của dung dịch đo liều dicromat rất nhạy với tạp chất, đặc biệt là tạp chất hữu cơ. Thậm chí chỉ một vết rất nhỏ các tạp chất có thể gây ra sự thay đổi quan sát được của độ nhạy liều kế [6]. Để có được kết quả đạt độ chính xác cao, không nên sử dụng các vật liệu hữu cơ trong bất kỳ một thành phần nào có thể tiếp xúc với dung dịch đo liều dicromat, trừ khi vật liệu đó được chứng minh rằng không ảnh hưởng đến độ nhạy của liều kế. Có thể giảm thiểu ảnh hưởng của vết tạp chất hữu cơ bằng cách chiếu xạ trước toàn bộ dung dịch dicromat (xem tài liệu tham khảo [6] và 8.4).

**5.2** Những thay đổi hoá học không mong muốn trong dung dịch đo liều có thể xảy ra nếu không thận trọng đúng mức trong khi hàn kín ống liều kế (xem 8.6).

## 6 Thiết bị, dụng cụ

### 6.1 Máy đo quang phổ có độ chính xác cao

Để phân tích dung dịch đo liều, sử dụng một máy đo quang phổ có độ chính xác cao, có khả năng đo giá trị độ hấp thụ đến 2 với độ không đảm bảo không lớn hơn  $\pm 1\%$  trong vùng bước sóng 350 nm đến 440 nm. Dùng cuvet thạch anh 5 mm hoặc 10 mm để đo quang phổ của dung dịch đo liều. Thể tích của cuvet cần đủ nhỏ để cho phép có thể tráng bằng chính dung dịch đo mà vẫn đủ lượng dung dịch để làm đầy cuvet đến mức thích hợp khi đo độ hấp thụ. Đối với những ống chứa lượng dung dịch đo liều nhỏ hơn 2 ml, có thể phải sử dụng loại cuvet vi lượng (micro cuvet). Có thể dùng các kỹ thuật thao tác khác như sử dụng micro cuvet chảy liên tục để đạt được độ chính xác cần thiết và tránh được sự nhiễm bẩn chéo. Kiểm soát nhiệt độ của dung dịch đo liều trong khi đo ở  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Nếu không thể kiểm soát được nhiệt độ này, thì xác định nhiệt độ dung dịch trong quá trình phân tích quang phổ và hiệu chỉnh độ hấp thụ đo được ở  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Hệ số nhiệt độ trong khi đo độ hấp thụ là  $-0,1\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  trong dải nhiệt độ từ  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  [6].

CHÚ THÍCH 3 Thường sử dụng ống đo liều có dung tích 2 ml.

### 6.2 Dụng cụ thủy tinh

Sử dụng các dụng cụ thủy tinh bo silicat hoặc loại thủy tinh chịu được hoá chất tương đương để đựng các thuốc thử và dung dịch đo liều đã chuẩn bị. Sử dụng dung dịch axit cromic hoặc chất làm sạch tương đương khác để làm sạch tất cả các dụng cụ thủy tinh sẽ được sử dụng trong quá trình chuẩn bị dung dịch cũng như các ống thủy tinh đựng dung dịch đo liều. Tráng ít nhất 3 lần với nước cất 2 lần

(xem ASTM Practice C 912). Làm khô hoàn toàn và bảo quản trong môi trường không bụi (xem ASTM Practice E 1026).

## 7 Thuốc thử

**7.1** Cần sử dụng các loại hoá chất thuộc loại thuốc thử phân tích (hoặc tốt hơn) để chuẩn bị các dung dịch đo liều.

**7.2** Nên sử dụng nước cất 2 lần thu được từ các thiết bị cất nước có tất cả các bộ phận đều làm bằng thuỷ tinh silicat. Ngoài ra, cũng có thể sử dụng loại nước tinh khiết thương mại chất lượng cao có tổng hàm lượng cacbon có thể oxi hóa (T.O.C) nhỏ hơn 5 ppb. Độ tinh khiết của nước rất quan trọng vì nước là thành phần chủ yếu của dung dịch đo liều và do đó nó có thể là nguồn lây nhiễm tạp chất chủ yếu. Không nên sử dụng nước đã loại ion.

**CHÚ THÍCH 4** Nước cất 2 lần được cất từ dung dịch pemanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) kiềm (2 g  $\text{KMnO}_4$  và 5 g natri hydroxit ( $\text{NaOH}$ ) dạng hạt trong 2  $\text{dm}^3$  nước cất) là phù hợp với việc chuẩn bị dung dịch đo liều dicromat. Nước có độ tinh khiết cao có sẵn trên thị trường. Những loại nước như vậy được ghi nhãn là loại dùng cho HPLC (sắc ký lỏng hiệu năng cao) được dùng trong tiêu chuẩn này là thích hợp vì không có tạp chất hữu cơ.

## 8 Chuẩn bị liều kế

**8.1** Nồng độ khuyến cáo đối với liều kế dicromat để đo liều trong khoảng từ 2 kGy đến 10 kGy (còn gọi là liều kế dải liều thấp) là bạc dicromat ( $\text{Ag}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )  $0,5 \times 10^{-3} \text{ mol.dm}^{-3}$  trong dung dịch axit percloric  $0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$  [7]. Để đo dải liều hấp thụ trong khoảng từ 5 kGy đến 50 kGy (gọi là liều kế dải liều cao), nồng độ khuyến cáo là bạc dicromat  $0,5 \times 10^{-3} \text{ mol.dm}^{-3}$  và kali dicromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )  $2,0 \times 10^{-3} \text{ mol.dm}^{-3}$  trong dung dịch axit percloric  $0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$ [6].

**8.2** Cả hai loại dung dịch phải được bão hoà không khí trước khi dùng. Có thể lắc thật kỹ dung dịch để đạt được điều này.

**8.3** Bạc dicromat hoà tan rất chậm trong dung dịch, bình thường cần ít nhất 18 h để hoà tan hoàn toàn. Đối với liều kế dải liều cao, tốt hơn là hoà tan bạc dicromat trước khi thêm kali dicromat.

**CẢNH BÁO** Dung dịch axit percloric đậm đặc là một chất ôxy hoá mạnh và muối dicromat là chất gây dị ứng da. Cần thực hiện các biện pháp phòng ngừa thích hợp để xử lý các hợp chất này.

**CHÚ THÍCH 5** Các liều kế dicromat có thành phần khác được mô tả trong [8, 9].

**8.4** Nếu thích hợp, có thể chiếu xạ toàn bộ dung dịch đo liều để giảm thiểu ảnh hưởng của tạp chất.

## **TCVN 7913:2008**

**8.4.1** Liều khuyến cáo là khoảng 1,0 kGy [6] mặc dù liều chính xác không phải là điều kiện quan trọng. Kích thước của vật chứa một lượng lớn dung dịch chiếu xạ cần được chọn sao cho sự dao động về liều trong vật chứa nhỏ hơn  $\pm 10\%$ . Phải lắc trộn dung dịch thật kỹ sau khi chiếu xạ.

**8.5** Tráng ống đựng liều kế hoặc các vật chứa khác theo 6.2 ít nhất một lần bằng dung dịch đo liều trước khi đổ đầy để chiếu xạ.

**8.6** Thực hành cẩn thận khi đổ dung dịch vào ống, không để dính dung dịch lên miệng ống. Vì khi hàn nhiệt sẽ gây ra những biến đổi hoá học không mong muốn trong phần dung dịch còn lại trên miệng ống. Cũng vì lý do này, việc thực hành cẩn thận cũng để tránh làm nung nóng cả thân ống đựng dung dịch đo liều trong khi hàn.

## **9 Hiệu chuẩn hệ đo liều**

**9.1** Trước khi sử dụng, hệ đo liều (bao gồm các mẻ liều kế cụ thể và các dụng cụ đo cụ thể) cần phải được hiệu chuẩn theo đúng các thủ tục đã lập thành văn bản của người sử dụng, trong đó quy định chi tiết quá trình hiệu chuẩn và yêu cầu đảm bảo chất lượng. Quy trình hiệu chuẩn này phải được định kỳ lặp lại để đảm bảo duy trì độ chính xác của phép đo liều hấp thụ trong giới hạn quy định. Các phương pháp hiệu chuẩn được trình bày trong ASTM/ISO Guide 51261.

### **9.2 Chiếu xạ hiệu chuẩn liều kế**

Chiếu xạ là một khâu quan trọng của quá trình hiệu chuẩn hệ đo liều. Chiếu xạ hiệu chuẩn phải được thực hiện tại một phòng hiệu chuẩn được công nhận hoặc tại một thiết bị hiệu chuẩn nội bộ đáp ứng các yêu cầu của ISO/ASTM Practice 51400, các thiết bị này có thể cung cấp liều hấp thụ (hoặc suất liều hấp thụ) có liên kết chuẩn đo lường quốc gia hoặc quốc tế được công nhận.

**9.2.1** Khi liều kế dicromat được sử dụng như một liều kế thường xuyên thì chiếu xạ hiệu chuẩn có thể được thực hiện theo 9.2 hoặc tại một thiết bị chiếu xạ công nghiệp hoặc thiết bị chiếu xạ dùng để nghiên cứu cùng với liều kế chuẩn chính hoặc liều kế truyền chuẩn có liên kết chuẩn đo lường quốc gia hoặc quốc tế được công nhận.

**9.2.2** Liều hiệu chuẩn là liều hấp thụ trong nước.

**9.2.3** Tiến hành hiệu chuẩn cho mỗi mẻ liều kế trước khi sử dụng.

**9.2.4** Chọn ngẫu nhiên 5 liều kế trong số liều kế giữ lại của mẻ và không thực hiện chiếu xạ. Sử dụng chúng để đo độ hấp thụ  $A_0$  (xem 9.5.1).

**9.2.5** Kiểm soát (hoặc giám sát) nhiệt độ của các liều kế trong khi chiếu xạ. Tính toán hoặc đo nhiệt độ chiếu xạ trung bình của mỗi liều kế với độ chính xác  $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$  hoặc nhỏ hơn.

**9.2.6** Sử dụng một bộ ít nhất 3 liều kế cho mỗi giá trị liều hấp thụ.

**9.2.7** Chiếu xạ các bộ liều kế này tối thiểu 5 giá trị liều được biết chính xác nằm trong dải liều làm việc để xác định đường chuẩn cho hệ đo liều.

### 9.3 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.

**9.3.1** Kiểm tra thang đo bước sóng của máy đo quang phổ và xác định độ chính xác của chúng. Có thể sử dụng phổ phát xạ từ một đèn nguồn cao áp thủy ngân cho mục đích này. Một bóng đèn loại như vậy có thể đặt mua từ nhà sản xuất máy đo quang phổ hoặc từ một nhà cung cấp thiết bị đo quang phổ khác. Các chuẩn bức sóng thích hợp khác có thể là bộ lọc hoặc dung dịch holmi oxit. Chi tiết hơn xem ASTM Practice E 275, ASTM Practice E 925 và ASTM Practice E 958.

CHÚ THÍCH 6 Ví dụ: Dung dịch holmi oxit trong cuvet hàn kín có sẵn với chuẩn bước sóng (SRM 2034) được chứng nhận được sử dụng trong dải từ 240 nm đến 650 nm<sup>8)</sup>.

**9.3.2** Kiểm tra độ chính xác của thang đo (thang đo độ hấp thụ) của máy đo quang phổ. Nên sử dụng bộ lọc hoặc dung dịch chuẩn đã được chứng nhận cho mục đích này.

CHÚ THÍCH 7 Các ví dụ về chuẩn độ hấp thụ là các dung dịch có nồng độ khác nhau như SRM 931f và SRM 935 [10] và các bộ lọc kim loại-thạch anh như SRM 2031.

### 9.4 Tiến hành đo

**9.4.1** Đối với liều kế dải liều thấp, đặt bước sóng của máy đo quang phổ tại mức 350 nm và dải thông phổ không lớn hơn 1 nm. Đối với các liều kế dải liều cao, đặt bước sóng tại mức 440 nm và cũng sử dụng khe sáng truyền qua không lớn hơn 1 nm.

**9.4.2** Đưa cân bằng của máy đo quang phổ về điểm không với không khí (không có cuvet) trên đường quang.

**9.4.3** Đổ đầy cuvet đã làm sạch cẩn thận bằng nước cất 2 lần, có chiều dài đường quang 5 mm hoặc 10 mm và đo độ hấp thụ. Ghi lại giá trị đó.

CHÚ THÍCH 8 Việc lựa chọn chiều dài đường quang phụ thuộc vào độ hấp thụ cực đại, hệ số này có thể đo chính xác bằng máy đo quang phổ. Ví dụ, chiều dài đường quang 10 mm tương ứng với độ hấp thụ khoảng 1,3 (hoặc độ hấp thụ 0,65 ứng với chiều dài đường quang 5 mm) đối với dung dịch đo liều chưa chiếu xạ. Độ hấp thụ của dung dịch đã được chiếu xạ sẽ thấp hơn 1,3 bởi vì độ hấp thụ giảm khi tăng liều.

<sup>8)</sup> Sẵn có tại Viện Tiêu chuẩn và Công nghệ Quốc gia (National Institute of Standards and Technology – NIST), Gaithersburg, MD 20899, Mỹ.

## TCVN 7913:2008

**9.4.4** Đổ bỏ nước cất khỏi cuvet (hoặc cột dòng chảy) và tráng ít nhất một lần với dung dịch trong ống đo liều. Đổ bỏ dung dịch tráng và đổ đầy dung dịch trong ống nói trên vào cuvet đến một mức thích hợp. Dùng giấy hoặc vải mềm lau khô cẩn thận phía ngoài cuvet, thực hiện đo độ hấp thụ. Lặp lại các qui trình này cho tất cả các dung dịch chưa chiếu xạ và đã chiếu xạ.

CHÚ THÍCH 9 Việc tráng cuvet (hoặc cột dòng chảy) không cẩn thận giữa các lần đo với các dung dịch chiếu xạ có thể gây ra sai số do sự lây nhiễm chéo giữa các dung dịch. Xem các phương pháp giảm thiểu các ảnh hưởng nói trên trong Tài liệu tham khảo [10].

**9.4.5** Sau mỗi mẫu đo phải thực hiện kiểm tra điểm không "0" của không khí trước khi đo mẫu tiếp theo. Định kỳ trong quá trình đo, cần đo lại độ hấp thụ của nước cất để phát hiện liệu cuvet có bị nhiễm bẩn không và thực hiện hành động khắc phục thích hợp nhằm loại bỏ sự nhiễm bẩn, nếu cần.

## 9.5 Phân tích

**9.5.1** Tính giá trị trung bình,  $A_0$  của liều kế không chiếu xạ (xem 9.2.4). Tính số gia độ hấp thụ,  $\Delta A$ , đối với mỗi liều kế được chiếu xạ bằng cách trừ độ hấp thụ  $A_0$  cho  $A_i$ :

$$\Delta A = A_0 - A_i \quad (3)$$

**9.5.2** Sử dụng số liệu trong Bảng 1 và phương trình (2) để hiệu chỉnh số gia độ hấp thụ ( $\Delta A$ ) đo được về số gia độ hấp thụ tại 25 °C theo công thức:

$$\Delta A_{25} = \Delta A_t / R_t \quad (4)$$

**9.5.3** Xây dựng đường chuẩn bằng cách vẽ đồ thị  $\Delta A$  theo liều hấp thụ  $D$ . Điều chỉnh đồ thị theo phương pháp bình phương nhỏ nhất bằng cách chọn một dạng hàm giải tích thích hợp nhất. Đối với các số liệu của liều kế dicromat loại này nên chọn hàm đa thức bậc hai (hoặc bậc ba) dạng:

$$\Delta A = b_0 + b_1 \times D + b_2 \times D^2 (+ b_3 \times D^3) \quad (5)$$

**9.5.4** Các ví dụ về các số liệu hiệu chuẩn thử nghiệm của dung dịch đã biết tạo nên các kết quả liều hấp thụ chính xác được nêu trong Bảng 2.

CHÚ THÍCH 10 Các phần mềm máy tính để thực hiện phương pháp vẽ đồ thị theo phương pháp bình phương nhỏ nhất với dạng đa thức hoặc bằng các dạng giải tích khác đã có bán sẵn trên thị trường. Các thông tin chi tiết hơn về các phương pháp toán học để xử lý dữ liệu hiệu chuẩn xem ISO/ASTM Guide 51707.

**Bảng 2 – Dữ liệu hiệu chuẩn liều kế dicromat điển hình <sup>A</sup>**

Liều kế dải liều cao $A_0 \approx 1,1$		Liều kế dải liều thấp $A_0 \approx 1,3$	
Liều, kGy	$\Delta A$	Liều, kGy	$\Delta A$
10,0	0,1752	1,0	0,1185
15,0	0,2625	2,0	0,2374
20,0	0,3490	3,0	0,3557
25,0	0,4348	4,0	0,4733
30,0	0,5198	5,0	0,5902
35,0	0,6038	6,0	0,7065
40,0	0,6866	7,0	0,8220
45,0	0,7679	8,0	0,9369
50,0	0,8475	9,0	1,0511
55,0	0,9249	10,0	1,1646

<sup>A</sup> Các điều kiện trong quá trình chiếu xạ và đo các dữ liệu trên như sau:

Loại bức xạ:  $^{60}\text{Co}$

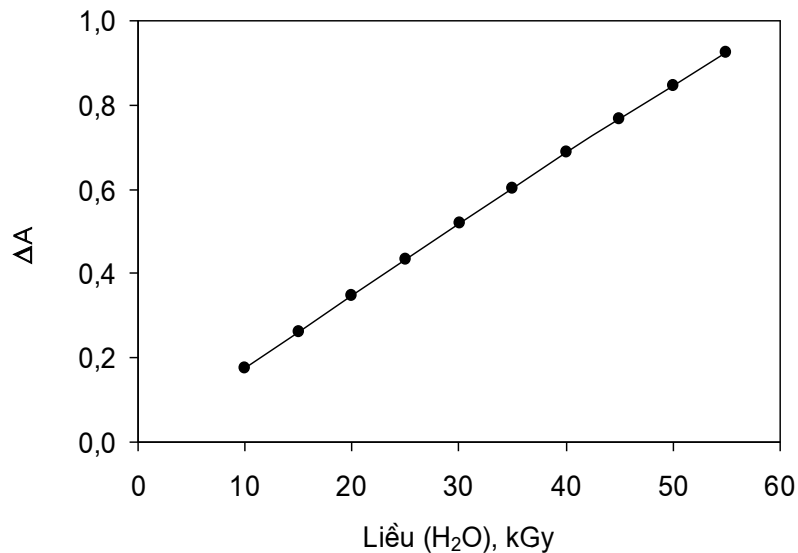
Nhiệt độ chiếu xạ và đo: 25 °C

Chiều dài đường quang trong quá trình phân tích: 10 mm

Bước sóng phân tích đối với liều kế dải liều cao: 440 nm

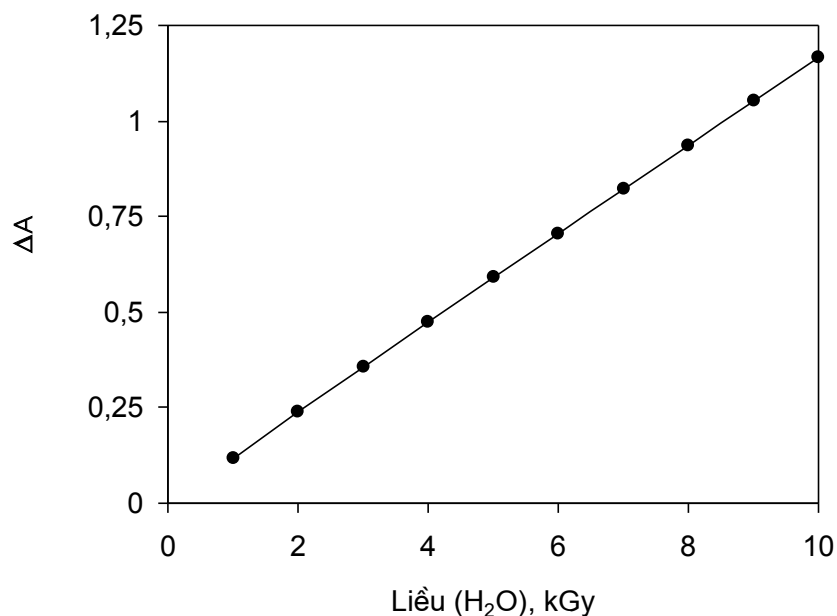
Bước sóng phân tích đối với liều kế dải liều thấp: 350 nm

**9.5.5** Đồ thị của các số liệu trong Bảng 2 được vẽ trên Hình 2 và Hình 3. Các đường cong đều có xu hướng đi qua điểm không  $\Delta A = 0$  tại liều hấp thụ bằng 0. Nếu có một đoạn cắt đáng kể khác không chúng tỏ dung dịch đo liều có nhiễm bẩn.



Hình 2 – Độ nhạy của liều kế dải liều cao tính theo  $\Delta A$  như là một hàm của liều hấp thụ trong nước. Các thông số của đa thức bậc 3 tính theo phương pháp bình phương nhỏ nhất (xem Phương trình 5):

$$b_0 = 7,515 \times 10^{-4}; b_1 = 1,745 \times 10^{-2}; b_2 = 3,485 \times 10^{-6}; b_3 = - 2,765 \times 10^{-7}$$



Hình 3 – Độ nhạy của liều kế dải liều thấp tính theo  $\Delta A$  như là một hàm của liều hấp thụ trong nước. Các thông số của đa thức bậc 2 tính theo phương pháp bình phương nhỏ nhất (xem Phương trình 5):

$$b_0 = - 1,162 \times 10^{-3}; b_1 = 1,200 \times 10^{-1}; b_2 = - 3,398 \times 10^{-4}$$

**9.5.6** So sánh các giá trị số gia độ hấp thụ thu được khi hiệu chuẩn với các số gia mẫu thử cho trong Bảng 2. Đối với bức xạ Co-60, sự sai khác nằm trong khoảng  $\pm 3 \%$  nếu dung dịch đo liều được chuẩn bị đúng cách và tất cả các dụng cụ phân tích có liên quan đều được hiệu chuẩn tốt. Đối với chiếu xạ chùm điện tử năng lượng cao, các giá trị trên phải nhỏ hơn khoảng 3 %. Sự sai khác của giá trị độ nhạy liều của các liều kế trong cùng một mẻ trong dải liều hữu dụng phải trong giới hạn  $\pm 1 \%$ .



**9.5.7** Đánh giá độ chụm (độ không đảm bảo ngẫu nhiên) của kết quả của từng liều kế trong số các kết quả đo lặp lại hoặc từ phân tích thống kê của phương pháp bình phương nhỏ nhất đối với các số liệu. Độ chụm cho phép đánh giá được tính năng của hệ đo liều. Độ chụm được biểu diễn bằng một độ lệch chuẩn, sẽ không được vượt quá 0,002 đơn vị độ hấp thụ đối với liều kế dải liều cao và không lớn hơn 0,003 đơn vị độ hấp thụ với liều kế dải liều thấp, với chiều dài đường quang 10 mm. Các số liệu nghi là sai lệch cần phải được kiểm tra lại bằng cách sử dụng các quy trình thống kê như trình bày trong ASTM Practice E 178.

## **10 Ứng dụng hệ đo liều**

**10.1** Đối với hầu hết các ứng dụng, sử dụng tối thiểu 3 liều kế cho mỗi một mức liều. Số các liều kế yêu cầu cho mỗi phép đo liều hấp thụ trên hoặc trong vật liệu được xác định bởi độ chụm của hệ đo liều và độ chụm yêu cầu thích hợp với ứng dụng. Phụ lục X3 của ASTM Practice E 668 có trình bày phương pháp thống kê để xác định số liều kế.

**10.2** Sử dụng qui trình chiếu xạ và qui trình đo tương ứng với 9.2.2, 9.2.4, 9.2.5, 9.4.1 đến 9.4.5, 9.5.1 và 9.5.2.

**10.3** Xác định liều hấp thụ từ các số gia độ hấp thụ và đường chuẩn.

**10.4** Lưu hồ sơ các giá trị liều hấp thụ tính được và các số liệu liên quan khác như đã nêu trong điều 11.

## **11 Yêu cầu tối thiểu về hồ sơ**

### **11.1 Hiệu chuẩn**

**11.1.1** Lưu hồ sơ về loại liều kế và số hiệu mẻ liều kế (mã).

**11.1.2** Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn thời gian và nhiệt độ chiếu xạ, thăng giáng nhiệt độ (nếu có), dải liều, nguồn bức xạ và các dụng cụ liên quan dùng để hiệu chuẩn và phân tích liều kế.

### **11.2 Sử dụng hệ đo liều**

**11.2.1** Lưu hồ sơ thời gian và nhiệt độ chiếu xạ, thăng giáng nhiệt độ (nếu có), thời gian và nhiệt độ đo độ hấp thụ đối với mỗi liều kế.

**11.2.2** Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn loại nguồn bức xạ và các đặc trưng.

**11.2.3** Lưu hồ sơ độ hấp thụ, giá trị số gia độ hấp thụ, sự hiệu chỉnh theo nhiệt độ (nếu có thể) và kết quả liều hấp thụ đối với mỗi liều kế. Viện dẫn đường chuẩn dùng thu được giá trị liều hấp thụ.

**11.2.4** Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn độ không đảm bảo của giá trị liều hấp thụ xác định được.

**11.2.5** Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn kế hoạch bảo đảm chất lượng của hệ đo lường được sử dụng.

## **12 Độ không đảm bảo đo**

**12.1** Phép đo lường cần phải kèm theo độ không đảm bảo đo mới có giá trị.

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

**12.2.1** Loại A: Được đánh giá bằng phương pháp thống kê, hoặc

**12.2.2** Loại B: Được đánh giá bằng phương pháp khác.

**12.3** 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 sai số khác nhau.

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

CHÚ THÍCH 11 Nhận biết độ không đảm bảo loại A và loại B dựa trên phương pháp đánh giá độ không đảm bảo xuất bản năm 1995 bởi tổ chức tiêu chuẩn quốc tế (ISO) trong tài liệu hướng dẫn về biểu thị độ không đảm bảo trong phép đo (11). 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 12 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 trong phép đo liều hấp thụ sử dụng phép 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 lệch và độ không đảm bảo đo. Thành phần của độ không đảm bảo đo được xem xét và 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).

### Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Sharpe, P. H. G., Miller, A., and Bjergbakke, E., "Dose Rate Effects in the Dicromat Dosimeter," *Journal of Radiation Physics and Chemistry*, Vol 35. 1990. p. 757.
- [2] Sharpe, P. H. G., and Burns, D. T., "The Relative Response of Fricke, Dicromat and Alanine Dosimeters to  $^{60}\text{Co}$  and High Energy Electron Beam Radiation." *Journal of Radiation Physics and Chemistry*, Vol 46. 1995. p. 1273.
- [3] Matthews, R. W., "Effects of Silver Ions in Dicromat Dosimetry." *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*. Vol 32, 1981, p. 861.
- [4] Chemical Dosimetry Service Application Note, "The Effect of Irradiation Temperature on the Response of the Dicromat Dosimeter," National Physical Laboratory, Teddington, U.K., 1996.
- [5] Mai, H. H., Tachibana, H. and Kojima, T., "Effect of Temperature During Irradiation and Spectrophotometry Analysis on the Dose Response of Aqueous Dicromat Dosimeters," *Radiation Physics and Chemistry*, Vol 53. 1998. 85-91.
- [6] Sharpe, P. H. G., Barrett, J. H., and Berkley, A. M., "Acidic Aqueous Dicromat Solutions as Reference Dosimeters in the 10-40 kGy Range." *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, Vol 36. 1985, p. 647.
- [7] Thomassen, J., "Silver Dicromat as a Routine Dosimeter in the Range 1 to 12 kGy," *Proceedings of Conference on High Dose Dosimetry*, International Atomic Energy Agency, Vienna, 1985, p. 171.
- [8] Al-Sheikhly, M., Hussmann, M. H., and McLaughlin, W. L., "Dicromat Dosimetry: The Effect of Acetic Acid on the Radiolytic Reduction Yield," *Radiation Physics and Chemistry*, Vol 32, 1988, p. 545.
- [9] McLaughlin, W. L., Al-Sheikhly, M., Farahani, M. and Hussmann, M. H., "A Sensitive Dicromat Dosimeter for the Dose Range 0.2-3 kGy," *Radiation Physics and Chemistry*, Vol 35, 1990, p. 716.
- [10] Burke, R. W., and Mavrodineanu, R., "Certification and Use of Acidic Potassium Dicromat Solution as an Ultraviolet Absorbance Standard—SRM 935," *National Bureau of Standards Special Publication 260-54*, 1977.
- [11] "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement," International Organization for Standardization. 1995. ISBN 92-67-10188-9.