

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 6053: 1995**

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC - ĐO TỔNG ĐỘ  
PHÓNG XẠ ANPHA TRONG NƯỚC KHÔNG MẶN -  
PHƯƠNG PHÁP NGUỒN DÀY**

*Water quality - Measurement of gross alpha activity in  
non - saline water - Thick source method*

**HÀ NỘI 1995**

## **Lời nói đầu**

TCVN 6053: 1995 hoàn toàn tương ứng với ISO 9696: 1992

TCVN 6053: 1995 do Tiểu ban kỹ thuật Nước tinh lọc TCVN/TC/F9/SC1 và nước khoáng thuộc Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F9 Đồ uống biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

## Chất lượng nước- đo tổng độ phóng xạ alpha trong nước không mặn - phương pháp nguồn dày

*Water quality - Measurement of gross alpha activity in non - saline water - Thick source method*

**Cảnh báo - Cần tham khảo các chỉ dẫn của nhà sản xuất về vận hành an toàn điện cao thế dùng trong dụng cụ đếm.**

**Trong tất cả các quy định của tất cả các nước đã được ban hành bao gồm việc sử dụng các chất phóng xạ trong phòng thí nghiệm. Các quy định này là bắt buộc và hội đồng quy định cần tiếp xúc với những người sẽ sử dụng.**

**Các hướng dẫn đặc biệt về việc chuẩn bị các nguồn alpha được đưa ra trong điều 7.**

### 1. Phạm vi áp dụng

#### 1.1. Chất cần được xác định

Tiêu chuẩn này chỉ ra phương pháp xác định tổng độ phóng xạ  $\alpha$  trong nước không mặn đối với nuclit phóng xạ  $\alpha$  mà không bay hơi ở 350°C. Phương pháp này có thể xác định nuclit phóng xạ có thể bay hơi được đo trong khoảng xác định bằng chu kỳ bán huỷ, duy trì thể mẹ (của loại dễ bay hơi) và quá trình đo (thời gian đếm).

#### 1.2. Khả năng áp dụng

Phương pháp này có thể áp dụng cho nước nguồn và nước uống và có thể mở rộng cho nước mặn hoặc nước khoáng, nhưng với độ nhạy kém hơn.

#### 1.3. Khoảng áp dụng

Khoảng áp dụng phụ thuộc vào số lượng chất vô cơ có trong nước và các đặc tính (tốc độ đếm phòng và hiệu suất đếm) của máy đếm.

### 2. Tiêu chuẩn trích dẫn

## **TCVN 6053:1995**

Các tiêu chuẩn sau đây chứa các điều khoản có liên quan qua đó tạo nên các điều khoản của tiêu chuẩn này. Vào thời điểm ban hành, các bản in có hiệu lực. Tất cả các tiêu chuẩn đều phải soát xét, và các bên thoả thuận dựa trên cơ sở của tiêu chuẩn này được khuyến khích nghiên cứu khả năng áp dụng những lần xuất bản mới nhất của các tiêu chuẩn ghi dưới đây. Các thành viên của IEC và ISO giữ các số đăng ký các tiêu chuẩn quốc tế hiện hành.

Tiêu chuẩn quốc tế 5667-1: 1980, chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 1: Hướng dẫn cách thiết lập kế hoạch lấy mẫu.

TCVN 5992: 1995 Chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.

TCVN 5993: 1995 Chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và vận chuyển mẫu.

### **3. Nguyên tắc**

Mẫu được axit hoá để cho ổn định, được làm cho bay hơi gần như khô, được chuyển sang dạng sunphat và sau đó nung ở 350°C. Một phần tro còn lại chuyển sang khay đếm và tổng độ phóng xạ alpha được đo bằng cách đếm trong bộ detector hạt  $\alpha$  hoặc hệ thống máy đếm đã hiệu chuẩn trước qua chất chuẩn phóng xạ  $\alpha$ .

### **4. Thuốc thử**

Tất cả các loại thuốc thử phải là thuộc loại tinh khiết phân tích và không được có phóng xạ  $\alpha$ .

*Chú thích 1*- Phương pháp chuẩn bị thuốc thử trắng để kiểm tra chất lượng của chất phóng xạ hoặc chất nhiễm bẩn được đưa ra trong 10.1.

#### **4.1. Dung dịch chuẩn, $^{241}\text{Am}$**

##### **Chú thích**

2)  $^{241}\text{Am}$  thích hợp hơn  $^{239}\text{Pu}$ , bởi vì đi cùng với  $^{239}\text{Pu}$  lại thường có mặt  $^{241}\text{Pu}$  dẫn đến sự tăng  $^{241}\text{Am}$  trong dung dịch chuẩn của nguồn, mà cũng vì thế nguồn luôn luôn được làm sạch. Hợp chất uranium có thành phần đồng vị đã biết khó thu được và có độ nhạy khác với của  $^{239}\text{Pu}$  (xem 9.3).

3) Các mẫu chuẩn đã được chứng chỉ đang có sẵn từ các nguồn ở hầu hết các nước. Cơ quan năng lượng nguyên tử Quốc tế Viên, áo là 1 nguồn cung cấp quốc tế. Viện tiêu chuẩn công nghệ quốc gia (NIST), Mỹ cũng có thể cung cấp cho tất cả các nước.

4) Việc chọn các chất chuẩn anpha sẽ phụ thuộc vào sự hiểu biết các dạng nhiễm xạ như loại có mặt trong nước cần phải thử nghiệm. Nhìn chung, lượng này chọn giữa chất phóng xạ  $\alpha$  tự nhiên và nhân tạo.

5) Hợp chất uranium thiên nhiên có thành phần đồng vị đã biết có 1 điểm thuận lợi là hoạt tính đặc biệt của nó có thể tính được từ những hằng số lý hoá đã được thiết lập và các dữ liệu về thành phần đồng vị phong phú là độc lập với các quy trình chuẩn hoá của các tổ chức riêng biệt.

6) Hơn nữa do năng lượng bức xạ anpha phát ra từ các đồng vị của uranium bé hơn so với năng lượng của các đồng vị transuran nhân tạo nên việc dùng các mẫu chuẩn uranium cho kết quả cao hơn transuran. Một số chuyên gia phạm sai lầm khi chưa biết thành phần đúng của chất.

#### 4.2. Axit nitric đậm đặc, 50% (V/V)

Pha loãng 100 ml  $\pm$  5 ml axit nitric ( $\rho = 1,42$  g/ml) với nước tới 200 ml  $\pm$  10 ml (4.6).

#### 4.3. Axit sunfuric đậm đặc, $\rho = 1,84$ g/ml.

4.4. Dung môi hữu cơ bay hơi, metanola và axeton.

#### 4.5. Canxi sunfat

Các muối canxi có thể chứa 1 lượng vết  $^{226}\text{Ra}$  và/hoặc  $^{210}\text{Pb}$  và kiểm tra về sự có mặt của những nuclid này có thể được thực hiện (xem 7.7 và 10.1).

#### 4.6. Nước

Dùng nước cất hoặc nước đã khử ion hoá.

### 5. Thiết bị

Các thiết bị phòng thí nghiệm thông thường và

#### 5.1. Máy đếm anpha.

Độ phóng xạ anpha được đếm bằng cách sử dụng ống đếm nhấp nháy sunphua kẽm hoạt hoá bằng bạc ( $\text{ZnS}(\text{Ag})$ ), ống đếm silic chắn bề mặt hoặc một ống đếm tỷ lệ (không có cửa sổ). Cũng có thể dùng ống đếm silic cấy ion hoặc ống đếm tỷ lệ có cửa sổ ( $< 100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ).

Nếu sử dụng các hệ ống đếm không cửa sổ, tiến hành kiểm tra khả năng nhiễm bẩn của hệ thống đếm bằng cách đếm mẫu trắng giữa mỗi nguồn đếm.

## TCVN 6053:1995

**Chú thích 7** - Bản chất đặc trưng của mỗi nguồn đếm có thể bị tăng sự nhiễm nếu thực hiện trong chân không (như trong trường hợp máy dò có tấm chắn bê mặt silic) hoặc các hệ thống khí (như đã dùng trong máy đếm tỷ lệ).

5.2. Các khay đếm, có độ dày ít nhất là  $2,5 \text{ mg/mm}^2$  ( $250 \text{ mg/cm}^2$ ).

Chúng được gắn với nhau và làm bằng thép không rỉ.

**Chú thích 8** - đường kính của khay đếm sử dụng được xác định theo yêu cầu của máy đếm, nghĩa là đường kính của detector và kích thước vòng kẹp của nguồn.

**Chú thích 9** - Nguồn cần dàn đều và một số người thợ có thể thực hiện một cách dễ dàng trên bề mặt tấm kim loại nhẵn, trơn. Trong khi một số người khác thích dùng khay đã được làm mòn hoặc đã làm nhám (phun cát hoặc làm ăn mòn hoá học được dùng cho mục đích này).

5.3. Lò nung múp, có thể giữ nhiệt độ ở  $350^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ .

## 6. Lấy mẫu.

Thêm  $20 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$  axit nitric (4.2) trên 1 lít mẫu đã được lấy vào chai polyetylen sạch và sau đó lấy mẫu theo ISO 5667-1, TCVN 5992: 1995 và TCVN 5993: 1995. Giữ ở nhiệt độ  $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  và phân tích mẫu sau khi thu thập càng sớm càng tốt.

Nếu còn phải đo độ phóng xạ của mẫu nước đã lọc thì phải lọc ngay sau khi lấy mẫu và trước khi axit hoá.

**Chú thích 10** - axit hoá sẽ hạn chế sự thất thoát chất phóng xạ từ dung dịch gây ra bởi sự hấp thụ. Nếu sự axit hoá được thực hiện trước khi lọc, nó sẽ giải hấp chất phóng xạ đã được hấp thụ trên từng chất riêng biệt.

## 7. Các bước tiến hành

### 7.1. Công việc chuẩn bị

**Chú thích 11** - Sự phân tích nên thực hiện ở nơi mà không sử dụng chất phóng xạ.

Xác định hàm lượng độ cứng tổng số trong nước theo phụ lục A. Làm đúng theo sự cho phép về thay đổi thành phần khi đun ở  $350^\circ\text{C}$  và sunfat hoá tro, tính thể tích của mẫu cần thiết để tạo ra 1 khối lượng chất rắn còn lại lớn hơn  $0,1 A \text{ mg}$ , trong đó A là diện tích của khay đếm (5.2), tính theo  $\text{mm}^2$ . Sử dụng điều này như một hướng dẫn lấy thể tích mẫu cần thiết cho giai đoạn làm giàu sau đây.

### 7.2. Giai đoạn làm giàu

Chuyển vào cốc một thể tích V của mẫu, tính theo lít ( $\pm 0,1\%$ ) (xem điều 6) được chọn sao cho sau khi nung còn lại ít nhất 0,1 A mg tro.

**Chú thích 12** - Đối với các loại nước quá mềm, có khả năng là thể tích cần thiết để tạo ra 0,1 A mg là hết sức lớn. Trong những trường hợp này, nên sử dụng thể tích thực tế lớn nhất có thể được (xem cả chú thích 14).

Cô cẩn thận dung dịch trên bếp nóng đến khi thể tích còn lại khoảng 50 ml và cho làm nguội.

Chuyển dung dịch đã cô sang đĩa thạch anh (hoặc đĩa sứ trắng men đã cân), đã được nung ở 350°C. Rửa kỹ cốc đựng với một ít nước (4.6) và chuyển nước rửa sang đĩa.

**Chú thích 13** - Nếu cốc quá to, có thể chuyển sang cốc bé hơn cho tiện. Nước rửa sau đó có thể cô lại ở mức thấp để tiện cho việc chuyển sang đĩa thạch anh.

### 7.3. Giai đoạn sunfat hoá

Phải chắc chắn rằng nước rửa trong đĩa được nguội và thêm 1 ml ( $\pm 20\%$ ) axit sunfuric (4.3).

**Chú thích 14** - Một số loại nước khi làm khô và nung, tạo ra 1 lượng tro không thích hợp để đo độ phóng xạ, bởi vì nó hút ẩm hoặc khó phân tán. Quá trình sunfat hoá này là phương thức xử lý thích hợp cho các mẫu như thế. Thể tích axit sunfuric đã chọn có khả năng sunfat hoá khoảng 1,8 g canxi cacbonat. Để cho lượng axit dư, thể tích ban đầu của mẫu nên chọn sao cho hàm lượng chất rắn tổng số không được vượt quá 1 gam (thực tế với một số loại nước bước này là không cần thiết).

Cô cẩn thận đến khô lượng nước chứa trên đĩa. Để tránh bắn mẫu, hãy đun nóng đĩa từ phía trên (từ đèn tia hồng ngoại) và tiếp tục đun nóng đến khi bốc khói axit sunfuric. Sau đó chuyển đĩa sang bếp đun và tiếp tục đun đến khi hết khói.

### 7.4. Giai đoạn nung

Chuyển đĩa có chứa sản phẩm sang lò nung múp (5.3) nung trong 1 giờ ở nhiệt độ 350°C  $\pm$  10°C và làm nguội trong 1 bình phòng ẩm. Ghi thời gian và ngày chuyển từ lò.

### 7.5. Chuẩn bị nguồn

Cân 0,1 A mg ( $\pm 1\%$ ) tro trên khay đếm (5.2). Nếu tro chưa mịn thì nghiền bằng cối và chày. Giả sử khối lượng này là mr, mg.

Nếu thể tích V được sử dụng ở 7.2 mà tro còn lại ít hơn 0,1 A mg. Chuyển càng nhiều càng tốt lượng tro sang khay đếm.

## TCVN 6053:1995

**Chú thích 15** - Hiệu suất đếm hạt  $\alpha$  bị ảnh hưởng nghiêm trọng bởi nguồn dày, tiếp theo là các nguồn chuẩn của cùng một khối lượng  $mr, mg$ , cần thiết để hiệu chỉnh hệ thống phát hiện.

Dàn đều tro trên phiến kim loại tròn bằng cách cho thêm vài giọt dung môi hữu cơ bay hơi (4.4) và làm khô. Ghi thời gian và ngày chuẩn bị. Cân khay đếm và tro 1 lần nữa để đảm bảo rằng lượng tro không bị mất đi.

**Chú thích 16** - Hiệu suất đếm hạt  $\alpha$  bị ảnh hưởng đáng kể gây ra độ dày nguồn, do vậy cần thiết phải dàn đều nguồn đếm. Một số nhân viên đã thêm vinyl axetat vào dung môi để tạo sự dính kết khi làm khô.

### 7.6. Đo trên máy đếm

Vận hành máy đếm (5.1) theo chỉ dẫn sử dụng.

Ngay lập tức sau khi làm khô nguồn, bắt đầu đo độ phóng xạ trên khay đếm trong 1 khoảng thời gian thích hợp. Tốc độ đếm đo được là  $R_{b/S}$ . Ghi thời gian, thời gian đếm và ngày đếm.

**Chú thích 17** - Thời gian đếm phụ thuộc vào mẫu và tốc độ đếm của phòng và phụ thuộc vào độ chính xác đòi hỏi của phép đo (xem điều 9).

### 7.7. Đo phòng

Sử dụng khay đếm sạch (5.2) để đo độ phóng xạ phòng. Tốc độ đếm đo được là  $R_{0/S}$ . Các phép tính lặp lại sẽ xác nhận sự ổn định của phòng.

Kiểm tra định kỳ hàng tháng sự tự mọc do sự phân rã radi bằng cách đo lặp lại như quy trình ghi trong 7.6.

**Chú thích 18** - Việc đếm lại qua 1 tháng có thể phát hiện ra các phóng xạ nuclit con từ các radi đồng vị. Sự xuất hiện các dây uranium và/hoặc thori nuclit phóng xạ hỗn hợp hoặc riêng biệt hoặc với 1 chất trội hơn có thể gây rắc rối cho việc giải thích. Ở môi trường bình thường, các hiện tượng này hiếm khi xuất hiện, đặc biệt khi các quá trình đếm dài. Tuy nhiên, sau 1 chu kỳ 1 tháng các nguồn nước có  $^{226}\text{Ra}$  cao có thể cho thấy 1 mức phát triển gấp 4 lần so với ban đầu.

### 7.8. Chuẩn bị mẫu chuẩn để đo độ phóng xạ $\alpha$

Cân chính xác khoảng 2,5 g canxi sunfat (4.5) vào ống đong, dung tích 150 ml. Thận trọng thêm vào 10 ml ( $\pm 1\%$ ) axit nitric nóng (4.2), khuấy và đổ thêm tới 100 ml nước nóng (4.6) để hoà tan phần còn lại.

Thêm 1 lượng chính xác đã biết của  $^{241}\text{Am}$  chuẩn (khoảng 5 Bq đến 10 Bq).

Chuyển dung dịch sang đĩa thạch anh 200 ml hoặc đĩa sứ, cân chính xác đến  $\pm 0,001$  g, và nung dung dịch đến khô bằng đèn tia hồng ngoại.

Nung trong lò múp (5.3) ở  $350^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  trong 1 giờ.

Tính độ phóng xạ đặc trưng  $a_s$  của  $\text{CaSO}_4$ , becquerels/gam, dùng khối lượng của tro đã nung và lượng hoạt độ  $^{241}\text{Am}$  được thêm vào (hoặc theo  $^{239}\text{Pu}$  hoặc U có thành phần đồng vị tự nhiên, nếu dùng nó để thay thế).

Nghiền thể rắn thành bột (nếu cần thiết dùng chày và cối giã) theo phương thức giống như đã dùng để chuẩn bị mẫu.

**Cảnh báo - Trình tự này yêu cầu chuẩn bị bột khô có chứa nuclit phóng xạ  $\alpha$ . Phải tránh sự hấp thụ ngẫu nhiên của hạt phóng xạ và sử dụng tủ kín chuyên dùng để chuẩn bị nguồn.**

Chuẩn bị các khay đếm nguồn (0,1 A mg trên mỗi khay đếm) theo phương thức quy định cho mẫu (xem 7.5).

Đo các nguồn chuẩn trong detector  $\alpha$ . Tốc độ đo được là  $R_{s/s}$ .

## 8. Tính toán kết quả

### 8.1. Tính nồng độ phóng xạ

Tính nồng độ phóng xạ  $c$ , bằng becquerel trên lít của mẫu nước theo công thức:

$$C = \frac{R_b - R_0}{R_s - R_0} \times a_s \times \frac{m}{1000} \times \frac{1,02}{V} \quad \dots (1)$$

Chú thích 19: Bắt nguồn từ công thức (1):

$$C = R \times \frac{1}{\epsilon_s} \times \frac{1}{V_p} \quad \dots (2)$$

trong đó

$c$  là độ phóng xạ  $\alpha$ , Bq/l;

$R_n$  là tốc độ đếm trong giây đã trừ phòng;

## TCVN 6053:1995

$\varepsilon_s$  là hiệu suất đếm phân đoạn của chất phóng xạ chuẩn đã quy định;

$\varepsilon_s$  là hiệu suất đếm phân đoạn của phóng xạ chuẩn;

$V_p$  là thể tích mẫu tương ứng với khối lượng của chất rắn trên khay đếm, tính bằng lít.

Do đó

$$R_n = R_b - R_0$$

Trong đó

$R_b$  là tốc độ đếm đối với mẫu quan sát, xung/giây (7.6);

$R_0$  là tốc độ đếm của khay đếm phòng, xung/giây (xem 7.7)

và

$$\varepsilon_s = \frac{R_s - R_0}{0,1A \times a_s} \times 1000$$

trong đó

$R_s$  là tốc độ đếm của chuẩn quan sát được, xung/giây (xem 7.8);

$A$  là diện tích của khay đếm, mm<sup>2</sup>;

0,1 A là khối lượng của chất rắn chuẩn có trên khay đếm, mg (xem 7.8);

$a_s$  là độ phóng xạ đặc trưng của chất rắn chuẩn, tính theo Bq/g (xem 7.8).

và

$$V_p = \frac{V}{m} \times 0,1A$$

trong đó

$V$  là thể tích của mẫu, lít (xem 7.2);

$m$  là khối lượng còn lại sau khi nung từ thể tích  $V$ , mg (xem 7.4).

Do vậy phương trình tổng quát (2) sẽ là

$$C = R_b - R_0 \times \frac{0,1A \times a_s}{(R_s - R_0) \times 1000} \times \frac{m}{V \times 0,1A} = \frac{(R_b - R_0)}{(R_s - R_0)} \times \frac{a_s}{1000} \times \frac{m}{V}$$

20 ml axit nitric (4.2) trên lít mẫu được thêm vào như chất làm ổn định mẫu, lượng thêm này cần chỉnh cho đúng 1020 ml mẫu đã axit hoá tương ứng với thể tích 1000 ml mẫu ban đầu.

Công thức cuối đối với c, tính theo Bq/l trở thành:

$$C = \frac{(R_b - R_0)}{(R_s - R_0)} \times \frac{a_s}{1000} \times \frac{m}{V} \times 1,02$$

Ghi kết quả, ngày tháng lấy mẫu, nung và đếm và nguồn dày theo mg/mm<sup>2</sup>.

Báo cáo mẫu:

(0,42 ± 0,04) Bq/l (241Am tương đương)

Mức tin tưởng được định (2 δ ) đưa ra sai số trong tính toán.

Ngày lấy mẫu: 10/1/1988

Ngày nung: 20/1/1988

Ngày đếm: 01/2/1988

Độ dày nguồn: 0,1 mg/mm<sup>2</sup> (10 mg/cm<sup>2</sup>).

## 9. Độ chính xác

### 9.1 Độ lệch chuẩn

Độ lệch chuẩn S<sub>c</sub>, được liên quan với độ phóng xạ của mẫu do sai số thống kê được tính như sau:

$$S_c = \sqrt{\frac{R_b}{t_b} + \frac{R_0}{t_0}} \times \frac{a_s \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1000 \times V}$$

trong đó

t<sub>b</sub> và t<sub>0</sub> là thời gian đếm tương ứng của mẫu và phòng. Độ lệch chuẩn liên quan đến việc đếm nguồn α chuẩn là không quan trọng so với việc đếm của mẫu và do đó kết quả sẽ chỉ rõ độ lệch chuẩn "do các sai số đếm đơn".

## TCVN 6053:1995

### 9.2. Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện có thể đạt được trong việc xác định tổng độ phóng xạ  $\alpha$ , cho 1 xác suất sai số  $\alpha$  hoặc hệ số tin cậy K, sẽ được tính gần đúng thì dùng hệ thức:

$$C_{\min} = K \times \frac{a_s \times m \times 1,02}{(R_s - R_0) \times 1000 \times V} \times \sqrt{\frac{R_0}{t_b} \left(1 + \frac{t_b}{t_0}\right)}$$

trong đó

$a_s$  là độ phóng xạ chuẩn đặc trưng, Bq/g.

Giới hạn phát hiện sẽ phụ thuộc vào các yếu tố gồm hàm lượng chất rắn của nước, kích thước nguồn, chu kỳ đếm, phòng và hiệu suất máy đếm. Theo sau đó là chỉ số đặc trưng cho các thông số riêng biệt.

Dùng nước có tro sau khi nung 0,5 g/l với đường kính nguồn 50 mm, thời gian đếm 60000 giây, tốc độ đếm phòng 0,0016/s và hiệu suất phân đoạn 0,071 (đối với  $^{239}\text{Pu}$ ) giới hạn phát hiện là 40 m Bq/l (đã sunfat hoá). Các số liệu này có 5 bậc tự do.

### 9.3. Độ nhạy và độ lệch

Phụ thuộc vào chất vô cơ trong nước, các đặc trưng của detector và sự có mặt của các nuclit phóng xạ.

Độ nhạy điển hình dùng cho 1 số nuclit phóng xạ được nêu trong bảng 1.

**Bảng 1**

Nuclit phóng xạ	Độ nhạy thiết bị MeV (gần đúng)	Hiệu suất đếm phân đoạn
$^{241}\text{Am}$	5,4 - 5,5	0,11
$^{239}\text{Pu}$	5,1 - 5,15	0,071
U (thành phần đồng vị tự nhiên)	$^{238}\text{U} = 4,2$ $^{234}\text{U} = 4,75$ $^{235}\text{U} = 4,4$	0,064
$^{252}\text{Cf}$	6,12	0,13

Các số này được tính từ các dự kiện do phòng thí nghiệm hoá học quốc gia cung cấp (Anh), sử dụng detector nhấp nháy sunfua kẽm hoạt hoá bằng bạc. Hiệu suất đếm phân đoạn sẽ thay đổi đối với các detector khác nhau.

#### 9.4. Sự tối ưu hoá của việc xác định

Vì các hạt phóng xạ  $\alpha$  là chất hấp thụ nên cần thiết tối ưu hoá độ dày của nguồn cho lượng mẫu tối đa cần đếm với sự hấp thụ ít nhất. Trong phương pháp này, sẽ là 0,1 mg/mm<sup>2</sup> (10 mg/cm<sup>2</sup>). Thậm chí khi dùng độ dày cố định vẫn cần thiết phải tạo nguồn mẫu và nguồn chuẩn càng giống nhau càng tốt, tức là về mặt tỷ trọng của nguyên liệu và sự phân bố chất phóng xạ.

Độ nhạy và độ lệch thu được khi sử dụng các chất phóng xạ chuẩn khác nhau được chỉ ra trong A.6, với hiệu suất đếm đối với nguồn có kích thước cố định tăng lên cùng với năng lượng phát xạ  $\alpha$ .

### 10. kiểm tra sự nhiễm

#### 10.1. Sự nhiễm bẩn

Kiểm tra sự nhiễm bẩn của các thuốc thử bằng cách làm bay hơi các thể tích thuốc thử đã được sử dụng trong quá trình phân tích trên các khay đếm riêng biệt. Phải chắc chắn rằng độ phóng xạ là không đáng kể so với của mẫu. Kiểm tra sự nhiễm của cả hệ thống bằng 1 lít  $\pm$  10 ml nước cất đã axit hoá với 20 ml axit nitric (4.2) thêm vào đó 0,1 A mg  $\pm$  1 mg silicagen dùng cho sắc ký, và đo độ phóng xạ. Độ phóng xạ này phải tương đương với độ phóng xạ của 0,1 A mg silicagen trực tiếp trên khay đếm. Một lần nữa phải đảm bảo rằng độ phóng xạ so với của mẫu là không đáng kể.

Nếu độ phóng xạ đáng kể thì phải chọn thuốc thử có độ phóng xạ thấp hơn, hoặc gồm có xác định trắng, dùng quy trình kiểm tra sự nhiễm bẩn của cả hệ thống được đưa ra trong đoạn đầu của mục nhỏ này để thay cho xác định đã mô tả ở mục 7.7.

#### 10.2. Sự thất thoát phóng xạ

##### 10.2.1. Các đồng vị Radon

Chú thích 20 - Một số nuclit phóng xạ bị mất đi do bay hơi khi sử dụng phương pháp này. Đồng vị <sup>222</sup>Rn trong dãy uranium có thể bị mất đi trong suốt quá trình, nhưng các con cháu phóng xạ  $\alpha$  và  $\beta$  của chúng sinh ra làm tăng nguồn đếm từ mỗi <sup>226</sup>Ra. Những hiệu quả tương tự cũng xảy ra trong dãy <sup>232</sup>Th.

##### 10.2.2. Poloni

## TCVN 6053:1995

**Chú thích 21** - Một số đồng vị của Poloni phát xạ  $\alpha$  mà xuất hiện tự nhiên như các thành viên của sự phân rã dây urani và thori có thể bao gồm một phần đặc biệt của tổng hoạt độ  $\alpha$  trong 1 số loại nước. Nguyên tố và 1 số hợp chất của chúng, đặc biệt là halogenua mà thăng hoa ở nhiệt độ tương đối thấp có thể bay hơi (thí dụ xem [1] của phụ lục B). Nitrat ([1] và [2]) và các sunfat (thí dụ xem [1] của phụ lục B) bền ở nhiệt độ ít nhất từ 400°C đến 500°C và sự hao hụt poloni bởi vậy không xảy ra với mẫu đã axit hoá với axit nitric và qua sunfat hoá.

### 10.3. Sự biến thiên độ nhạy của hệ thống

**Chú thích 22** - ảnh hưởng không thể tránh khỏi của sự tự hấp thụ sẽ dẫn tới sự thay đổi hiệu suất đếm mà phụ thuộc vào thành phần của nước. Độ nhạy của hệ thống với các nuclit phóng xạ sẽ xác định bằng việc thêm thạch anh, canxi sunfat hoặc các nguyên liệu trắng với một lượng đã biết của các dung dịch chuẩn của các nuclit phóng xạ này. Sau khi sấy khô cẩn thận và đồng nhất hoá, có thể chuẩn bị để đếm các nguồn dây 0,001 A mg/mm<sup>2</sup> (0,1 A mg/cm<sup>2</sup>). Có thể tính độ nhạy của máy đếm, theo tốc độ đếm trên đơn vị phóng xạ (lần đếm/s, Bq).

### 10.4. Kiểm tra chất lượng

Theo chỉ dẫn của nhà sản xuất về kiểm tra chất lượng của máy và chuẩn bị đồ thị chuẩn cho các chuẩn và cho phòng. Đếm chuẩn và đếm phòng cho mỗi loạt mẫu và chuẩn bị đồ thị kiểm tra chất lượng thích hợp (thí dụ xem [3] và [4] của phụ lục B).

Các chi tiết trên có thể lấy được từ ISO/CD 8465<sup>1)</sup>. Hướng dẫn với các đồ thị kiểm tra.

**Chú thích 23** - Kết quả thử được kiểm tra ít nhất 6 nguồn đếm đã được chuẩn bị từ 1 lít nước cất, thêm vào mỗi phần một lượng nuclit phóng xạ  $\alpha$  và hợp chất canxi hoà tan đã biết khối lượng. Lượng thêm vào sau cần đủ để đảm bảo rằng, sau khi nung, lượng tro còn lại ít nhất 0,1 A mg để chuẩn bị cho nguồn đếm.

## 11. Quy định

Cần đảm bảo thực hiện tất cả các quy định trong nước và quốc tế về điều hành việc sử dụng các chất phóng xạ trong địa phương được áp dụng.

## 12. Biên bản thử

Biên bản thử gồm các thông tin sau:

a) ghi tham khảo tiêu chuẩn này;

b) ghi tất cả chi tiết cần thiết cho việc hoàn thiện xác định mẫu, kể cả quá trình lấy mẫu;

---

<sup>1)</sup> Sẽ được công bố

c) ghi các nuclit phóng xạ chuẩn được sử dụng;

d) hàm lượng tổng phóng xạ  $\alpha$ , tính theo Bq/l đưa ra 3 số đặc trưng.

Nếu kết quả thấp hơn giới hạn phát hiện (xem 9.2), hãy nêu giá trị thực tế.

e) ngày tháng lấy mẫu, nung và đếm;

f) các đặc điểm đáng chú ý được quan sát trong quá trình xác định;

g) các chi tiết thao tác không ghi trong tiêu chuẩn này;

h) các bước thực hiện trong trình tự, thí dụ việc lọc mẫu.

## Phụ lục A

## Tổng số chất rắn hoà tan đã được sấy ở 180°C

## A.1. Các đặc trưng của phương pháp

## A.1.1. Chất cần được xác định

Chất hữu cơ và/hoặc chất vô cơ không bay hơi, được lọc qua màng lọc có kích thước lỗ 0,45 µ m.

## A.1.2. Các loại mẫu

Nước tự nhiên và nước bị nhiễm bẩn và nước nguồn, nhưng không phải là nước biển hoặc nước có hàm lượng magiê và clorua cao (xem A.10).

## A.1.3. Cơ sở của phương pháp

Lọc qua màng lọc. Khối lượng của chất hoà tan trong phần nước lọc được xác định bằng cách cho bay hơi và sấy khô ở 180°C và cân (xem A.10).

## A.1.4. Khoảng áp dụng

Giới hạn thấp hơn phụ thuộc vào độ nhạy của cân. Không có giới hạn trên.

## A.1.5. Độ lệch chuẩn (xem bảng A.1)

Bảng A.1

Tổng số chất rắn thu được khi sấy ở 180°C mg/l	Độ lệch chuẩn (trong 1 dãy) mg/l	Các bậc tự do
569	5,32	9
343	5,54	9
202	2,89	9
Chú thích - Các số liệu được công ty nước Mid - Kent cung cấp		

## A.1.6. Giới hạn phát hiện

Như đã nêu, khoảng 10 mg/l, nhưng nó phụ thuộc vào loại cân được sử dụng.

#### A.1.7. Độ nhạy

Khi lấy thể tích 100 ml, mỗi 10 mg/l tổng chất rắn hoà tan sẽ tương ứng với sự thay đổi khối lượng 1 mg.

#### A.1.8. Độ lệch

Độ lệch không xác định được, nhưng từ việc nghiên cứu phương pháp nó hình như hơi âm và phụ thuộc vào mẫu. Tuy nhiên, nó có thể hơi dương nếu mẫu có chứa muối hút ẩm. Một số hợp chất hữu cơ có thể bị đốt cháy, một số hợp chất có thể bay hơi (thí dụ muối amoni).

#### A.1.9. Sự nhiễu

Vẫn chưa có thử nghiệm đặc biệt nào, nhưng với nước chứa hydro cacbonat cần kéo dài thời gian sấy ở 180°C để đảm bảo sự chuyển hoá hoàn toàn hydro cacbonat thành cacbonat.

#### A.1.10. Thời gian cần thiết để phân tích

Phụ thuộc vào loại mẫu và thường không đến 1 ngày.

### A.2. Phạm vi áp dụng

#### A.2.1. Đối tượng

Phương pháp này xác định chất hữu cơ và/hoặc chất vô cơ không bay hơi của nước lọc qua màng lọc có kích thước lỗ 0,45  $\mu$  m.

#### A.2.2. Khả năng áp dụng

Phương pháp này có khả năng áp dụng cho nước tự nhiên và nước nhiễm bẩn và một số nước nguồn.

#### A.2.3. Xác định tổng số chất rắn hoà tan

Phần nước lọc từ việc xác định chất lơ lửng (phương pháp màng lọc) có thể dùng để xác định tổng số chất rắn hoà tan (xem A.8.1, chú thích 25).

### A.3. Nguyên tắc

Chất lơ lửng được loại khỏi thể tích đã đo của mẫu bằng việc lọc dưới áp suất thấp.

Phần nước lọc cho bay hơi đến khô bằng bếp cách thủy, sau đó sấy ở 180°C trước khi xác định tổng chất rắn hoà tan bằng phương pháp khối lượng.

## **TCVN 6053:1995**

### **A.4. Sự nhiễu**

Các mẫu có chứa hydro cacbonat và/hoặc các muối hút ẩm.

### **A.5. Sự cố**

**Cảnh báo - Yêu cầu phải sử dụng màn chắn an toàn khi lọc dưới áp suất thấp.**

### **A.6. Thuốc thử**

Nước đã khử ion hoặc nước mới cất

### **A.7. Thiết bị**

A.7.1. Các màng lọc este-xenlulo, đường kính 47 mm, với kích thước lỗ 0,45  $\mu$  m.

A.7.2. Các kim tù dùng để giữ các màng lọc.

A.7.3. Các thiết bị lọc, gồm 1 phễu lọc có thể tháo ra được gắn vào khung đỡ màng lọc.

A.7.4. Bình buchner, có dung tích 500 ml.

A.7.5. ống đong, có dung tích 250 ml.

A.7.6. Lò sấy, có thể điều chỉnh ở  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

A.7.7. Bình hút ẩm, có chất silicagen làm chỉ thị.

A.7.8. Cân phân tích, có thể cân đến  $\pm 0,1$  mg.

A.7.9. Bơm cơ học hoặc bơm hút nước, tạo áp suất thấp (2,6 kPa đến 3,3 kPa).

A.7.10. Bếp cách thủy, có giá đỡ thích hợp cho đĩa bay hơi.

A.7.11. Các đĩa platin, thủy tinh hoặc đĩa sứ dùng để làm bay hơi, có dung tích 150 ml. Nếu như trong mẫu có mặt photphat thì nên dùng đĩa platin.

### **A.8. Quy trình phân tích**

**Cảnh báo - Yêu cầu phải sử dụng màn chắn an toàn khi lọc dưới áp suất thấp.**

A.8.1. Dùng kim tù (A.7.2), đặt màng lọc (A.7.1) lên khung đỡ màng lọc (A.7.3), thấm ướt bộ lọc bằng nước cất và lắp vào đỉnh giá đỡ. Rửa màng lọc 3 lần với 50 ml nước cất, giữa mỗi lần rửa hút chân không để loại bỏ nước. Loại bỏ phần nước lọc (xem chú thích 24 và 25).

**Chú thích -**

24) Việc đo độ dẫn điện riêng có thể được sử dụng để đánh giá gần đúng tổng chất rắn hoà tan. Tuy nhiên, hệ số dịch chuyển chính xác cho mỗi loại nước cần tìm qua thực tế.

25) Nếu sử dụng phần nước lọc từ việc xác định chất lơ lửng (phương pháp màng lọc), tiến hành từ bước A.8.4.

A.8.2. Lọc một lượng mẫu thích hợp đã trộn kỹ, sao cho phần nước lọc không chứa nhiều hơn 200 mg chất rắn hoà tan (xem chú thích 24 và 26).

**Chú thích 26** - Phần dư quá mức trên đĩa bay hơi có thể hình thành một lớp màng giữ nước.

Ghi thể tích của mẫu đã lọc bằng ống đong (A.7.5). Thể tích này là  $V_A$ , ml.

A.8.3. Sau khi đã lọc mẫu, rửa sạch màng lọc (a.7.1) 3 lần với 10 ml nước để lấy hết chất rắn hoà tan còn đọng lại trên bộ lọc. Đổ nước rửa vào phần nước lọc của mẫu.

A.8.4. Làm khô đĩa làm bay hơi (A.7.11) ở nhiệt độ  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm (A.7.7) và cân với độ chính xác 0,1 mg. Khối lượng này là  $m_B$ , g.

A.8.5. Chuyển lượng hỗn hợp phần nước lọc và nước rửa sang đĩa bay hơi và cho bay hơi đến khô trên bếp cách thuỷ (A.7.10) hoặc bếp cách cát được đun nóng bằng tia hồng ngoại từ phía trên.

A.8.6. Khi phần nước lọc của mẫu đã được làm bay hơi hoàn toàn, chuyển đĩa bay hơi sang tủ sấy (A.7.6) và sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ  $180^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  (xem chú thích 27 và 28). Làm nguội trong bình hút ẩm và cân. Khối lượng này là  $m_C$ .

**Chú thích**

27) Khối lượng coi như không đổi khi khối lượng khác nhau sau các lần sấy và cân là 0,5 mg hoặc ít hơn (nếu có thể xác định bằng thực tế, đối với các loại mẫu nhất định, khối lượng coi như là không đổi sau 2 lần sấy và rửa, chỉ cần 1 chu kỳ).

28) Các mẫu có chứa hydro cacbonat hoặc các muối hút ẩm sẽ cần kéo dài thời gian sấy và cân ngay sau khi làm nguội tới nhiệt độ môi trường xung quanh.

**A.9. Tính toán kết quả**

Tính tổng số chất rắn hoà tan theo mg/l, thu được sau khi sấy ở  $180^{\circ}\text{C}$  bằng công thức:

$$\frac{m_C - m_B}{V_A} \times 10^6$$

## TCVN 6053:1995

trong đó

$m_C$  là khối lượng của cặn khô và đĩa, g;

$m_B$  là khối lượng của đĩa, g;

$V_A$  là thể tích của mẫu lọc, ml.

### A.10. Các biến thể của phương pháp

#### A.10.1. Sự thay đổi của nhiệt độ nung hay nhiệt độ sấy

Đối với một số mục đích, các mẫu được sấy ở 105°C, hoặc nung ở 450°C hoặc 500°C tới khối lượng không đổi thay cho ở nhiệt độ 180°C. Nếu dùng một trong những thay đổi này thì cũng phải nêu lên trong kết quả.

#### A.10.2. Các mẫu nước mặn và nước lợ có chứa hàm lượng magiê và clorua cao

Khi nung, các chất thuỷ phân bị mất đi hydro clorua và hình thành magiê hydro clorua. Thí dụ xem [6] của phụ lục B để tìm một quy trình thích hợp.

**Phụ lục B**

**TÀI LIỆU THAM KHẢO**

- [1] BAGNALL, K.W. Hoá học về các nguyên tố hiếm; BUTTERWORTH SCIENTIFIC xuất bản (năm 1957), PP 39, 64 et seq, 77 et seq.
- [2] EAKIN, S, J.D và MORRISON, R.T. int.J. của Appl. Rad và Isot. 29 (1978), PP 531 - 536.
- [3] MURDOCH, J. Biểu đồ kiểm tra, MACMILLAN PRES (1979); ISBN 0333 26411-8.
- [4] MARSHALL, R.A.G. Các biểu đồ kiểm tra tỷ lệ đếm phóng xạ, Anal. Chem. 49 (14) (1979), PP 2193-96.
- [5] SUMERLING, T.J và DARBY, S.C. Các hướng thống kê việc trình bày các thí nghiệm xác định độ phóng xạ thấp, NRPB - R113 Ủy ban bảo vệ phóng xạ quốc gia, Anh (1981).
- [6] MORRIS, A.W. và RILEY, J.P. Nghiên cứu chiều sâu của biển 11 (1964), PP 899.
-