

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6219 : 1995

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – ĐO TỔNG ĐỘ PHÓNG XẠ BETA
TRONG NƯỚC KHÔNG MẶN**

*Water quality – Measurement of gross beta activity in
non - saline water*

HÀ NỘI - 1995

Lời nói đầu

TCVN 6219 : 1995 hoàn toàn tương với ISO 9697 : 1992 (E);

TCVN 6219 : 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 beta trong nước không mặn

Water quality – Measurement of gross beta activity in non - saline water

Cảnh báo - Cần tham khảo các chỉ dẫn của nhà sản xuất về vận hành an toàn điện thế cao 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 phòng xạ trong các phòng thí nghiệm. Các quy định này là bắt buộc và hội đồng qui định cần tiếp xúc với những người sẽ sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Chất được xác định

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng độ phóng xạ β trong nước không mặn. Phương pháp bao gồm cả các nuclit phóng xạ β không bay hơi có năng lượng β - max > 0,3 MeV. Các chất bức xạ β có năng lượng rất thấp bao gồm ^3H , ^{14}C , ^{35}S , và ^{241}Pu không nằm trong phép xác định này.

1.2 Khả năng áp dụng

Phương pháp này có thể áp dụng để phân tích nước nguồn và nước uống, nhưng không thể áp dụng trực tiếp cho nước mặn hoặc nước khoáng mà không có sự sửa đổi.

1.3 Khoảng áp dụng

Lượng mẫu bị giới hạn bởi các thành phần vô cơ trong nước và kích cỡ mặt ống đếm.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

Các tiêu chuẩn sau đây có các điều khoản có liên quan mà 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 vào tiêu chuẩn này để nghiên cứu các khả năng áp dụng lần xuất bản mới nhất được ghi dưới đây. Các thành viên của IEC và ISO giữ các số đăng ký các tiêu chuẩn quốc tế hiện hành.

ISO 5567 - 1:1980 Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn chương trình 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.

ISO 9964-1¹⁾ Chất lượng nước – Xác định natri và kali – Phần 1: Xác định natri bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

3 Nguyên tắc

Mẫu được axit hoá để cho ổn định, cho bay hơi gần như đến khô, chuyển sang dạng sunfat và sau đó nung ở 350°C. Một phần tro được chuyển sang khay đếm và độ phóng xạ β được đo trên máy đếm Geiger đã được chuẩn hoá trước dựa vào kali chuẩn.

4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải là loại tinh khiết phân tích và phải chứa độ phóng xạ phòng tối thiểu.

Chú thích 1 – Phương pháp kiểm tra được đưa ra trong 10.1.

4.1 Nước

Dùng nước cất hoặc nước đã khử ion.

Chú thích

2) Nước cất (hoặc nước đã khử ion) được dùng cho xác định mẫu trắng hoặc dùng để pha các hoá chất khác phải có độ phóng xạ rất thấp so với độ phóng xạ nhỏ nhất trong các mẫu.

3) Trong một số nhựa trao đổi ion có thể có ^{90}Sr (và có thể bị rửa giải ra). Nếu dùng nước khử ion, tất cả các chất thay thế mới cần được kiểm tra trước khi sử dụng.

4.2 Nguồn so sánh chuẩn, kali clorua được làm khô tới khối lượng không đổi ở nhiệt độ 105°C.

4.3 Axit nitric đậm đặc 50% (V/V)

Pha loãng 100 ml \pm 5 ml axit nitric ($\rho = 1,42$ g/ml) trong 200 ml \pm 5 ml nước (4.1).

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

4.5 Các dung môi hữu cơ bay hơi: metanol và axeton.

5 Thiết bị

Các thiết bị của phòng thí nghiệm thông thường và

1) Sẽ ban hành

5.1 Máy đếm Geiger phòng thấp hoặc thiết bị đếm khác

Khoảng cách giữa nguồn và detector sẽ không vượt quá 10 mm (10 mm không khí = 0,01 mg / mm² độ dày). Hệ thống detector có thể có một lớp chắn hấp thụ ngoài có độ dày 0,07 mg/mm² ± 0,02 mg/mm² (7 mg/cm² ± 2 mg/cm²) so với nguồn. Điều này có thể đạt được bằng cách sử dụng hoặc detector một cửa sổ đơn hoặc một cửa sổ mỏng hơn có gắn bộ hấp thụ có độ dày thích hợp. Ngoài ra một sự bố trí hệ đo trùng phùng và phản trùng phùng để giảm phông sẽ không thay đổi hiệu suất đo của hệ đối với các năng lượng bức xạ khác nhau.

Chú thích 4 – Phòng lý tưởng là phòng đếm ít hơn 1 lần đếm trên phút (cpm), nhưng trong hầu hết các trường hợp phòng đếm 5 lần đếm trên phút (xem 9.2).

5.2 Các khay đếm, có độ dày ít nhất là 2,5 mg/mm² (250 mg/cm²). Nó được làm bằng thép không gỉ và gắp cạnh. Điều đó đảm bảo sự tán xạ ngược bảo hoà có năng lượng lên tới 3,6 MeV.

Chú thích

- 5) Đường kính của khay đếm được dùng phải theo yêu cầu của máy đếm, nghĩa là đường kính của detector và kích thước của giá đỡ nguồn.
- 6) ⁶⁰Co có thể xuất hiện tình cờ như một tạp chất trong thép không gỉ và có thể do đó ảnh hưởng tới số đếm của phòng nhưng không nhất thiết đối với mẫu trắng, vì độ phóng xạ sẽ được hấp thụ bởi tro.
- 7) Nguồn cần được dàn đều và những người thợ sẽ làm điều này một cách dễ dàng trên bề mặt kim loại nhẵn trơn, trong khi người khác thích dùng khay đếm được làm mòn hoặc đã làm cho bề mặt nhám (phun cát hoặc làm cho ăn mòn hoá học được áp dụng cho mục đích này).

5.3 Lò nung múp, có thể giữ nhiệt độ ở 350°C ± 10°C.

6 Lấy mẫu

Thêm 20 ml ± 1 ml axit nitric (4.3) trên lít mẫu đã lấy vào chai polyetylen sạch, và sau đó lấy mẫu theo ISO 5667-1, TCVN 5992 : 1995 và TCVN 5993 : 1995. Việc axit hoá hạn chế sự hấp thụ chất phóng xạ vào thành chai. Bảo quản ở nhiệt độ 4°C ± 2°C và phân tích mẫu sau khi thu thập mẫu càng sớm càng tốt.

Tiến hành lọc ngay khi thu thập mẫu và trước khi axit hoá, nếu khi cần đo độ phóng xạ của mẫu nước đã lọc.

Chú thích 8 – Độ phóng xạ sẽ được phân bố giữa dung dịch nước và sự hấp thụ lên chất hạt. Do vậy việc lọc nên thực hiện trước khi axit hoá mà có thể đảo ngược sự phân bố này.

7 Các bước tiến hành

7.1 Công việc chuẩn bị

Chú thích 9 – Phân tích nên tiến hành ở nơi không sử dụng chất phóng xạ.

Xác định hàm lượng tổng chất rắn trong nước theo phụ lục A. Cho phép thay đổi về thành phần do nung ở nhiệt độ 350°C và sunfat hoá tro, tính thể tích cần thiết của mẫu để có lượng chất rắn còn lại lớn hơn 0,1A mg (trong đó A là diện tích khay đếm (5.1), tính theo mm²). Sử dụng nó như thể tích mẫu cần thiết cho giai đoạn làm giàu tiếp theo.

7.2 Giai đoạn làm giàu

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

Chú thích 10 – Đối với loại nước rất mềm, có khả năng là thể tích cần thiết để cho 0,1A mg là hết sức lớn. Trong các trường hợp này nên sử dụng thể tích thực tế lớn nhất có thể có được (xem chú thích 12).

Cô cạn thận trên bếp nóng đến khi thể tích còn lại khoảng 50 ml và để nguội.

Chuyển dung dịch đã cô sang đĩa thạch anh (hoặc đĩa sứ trắng men), trước đó đã được nung ở 350°C. Rửa kỹ cốc đựng với một ít nước (4.1) và chuyển nước rửa sang đĩa.

Chú thích 11 – Nếu như cốc đựng quá to, chuyển nước rửa sang cốc nhỏ hơn cho thuận tiện (ví dụ 500 ml) nước rửa có thể được cô đặc tới một khối lượng thấp nhất để tiện cho việc chuyển sang đĩa thạch anh.

7.3 Giai đoạn sunfat hoá

Phải chắc chắn rằng nước rửa trong đĩa đã nguội và thêm 1 ml ($\pm 20\%$) axit sunfuric (4.4).

Chú thích 12 – Một số loại nước khi làm khô và nung tạo ra một lượng tro không thích hợp cho việc đo độ phóng xạ, vì nó hút ẩm hoặc khó phân tán. Quá trình sunfat hoá là phương thức xử lý thích hợp cho các mẫu nước như trên.

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 vượt quá 1g (thực tế với một số loại nước, bước này không cần thiết).

Cô cạn thận bay hơi cho đến khô lượng chứa trên đĩa. Để tránh bắn mẫu, hãy đun nóng đĩa từ phía trên (từ đèn tia hồng ngoại hoặc tương tự) và tiếp tục đun cho 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) và nung trong một giờ ở nhiệt độ $350^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ và để nguội trong bình hút ẩm.

Cân đĩa và tro ta thu được độ chênh lệch khối lượng m của tro, tính bằng mg.

7.5 Chuẩn bị nguồn

Cân 0,1A mg ($\pm 0,1\%$) trên khay đếm (5.2). Nếu tro chưa mịn thì nghiền nó bằng cối và chày. Khối lượng này là m_T . Nếu thể tích đã sử dụng ở mục 7.2 tạo ra được ít hơn 0,1A mg phần còn lại, chuyển càng nhiều càng tốt phần này sang khay đếm. Dàn đều phần còn lại trên khay đếm với ít giọt dung môi hữu cơ bay hơi (4.5) và làm cho khô.

Chú thích 13 – Mẫu có thể được che phủ bởi một màng mỏng.

7.6 Đo trên máy đếm

Vận hành máy đếm Geiger hoặc bộ đếm beta (5.1) theo bản hướng dẫn sử dụng. Đo độ phóng xạ trên khay đếm bằng cách đếm trong một khoảng thời gian thích hợp. Tốc độ đếm được là R_D/s .

Chú thích 14 – Thời gian đếm phụ thuộc vào tốc độ đếm của mẫu, tốc độ đếm của phòng và cũng phụ thuộc vào độ chính xác đòi hỏi của phép đo (xem điều 9).

7.7 Đo phòng

Đo độ phóng xạ phòng bằng cách sử dụng khay đếm đặc biệt sạch (5.2). Giả sử tốc độ đếm được là R_0/s . Việc đếm lặp lại sẽ khẳng định độ ổn định của phòng.

7.8 Đo nguồn so sánh

Dùng kali clorua (4.2) thay cho lượng tro của mẫu, tiến hành các giai đoạn đã mô tả ở 7.5 và 7.6. Tốc độ đếm được là R_S/s .

8 Tính toán kết quả

8.1 Tính nồng độ phóng xạ

Tính nồng độ phóng xạ c của dung dịch, bằng đơn vị becquerel/l theo công thức:

$$c = R_n \times \frac{1}{\epsilon_s} \times \frac{1}{V_p} \quad \dots (1)$$

trong đó

c là độ phóng xạ beta, Bq/l;

R_n là tốc độ đếm của mẫu trong một giây, đã được trừ phòng;

ε_s là hiệu suất phân đoạn của phép đếm của mẫu chuẩn ^{40}K ;

V_p là thể tích mẫu, tính theo lít tương đương với khối lượng chất rắn trên khay đếm.

do

$$R_n = R_b - R_0$$

trong đó

R_b là tốc độ đếm của mẫu quan sát được, tính theo xung/giây (xem 7.6);

R_0 là tốc độ đếm phông của khay đếm, tính theo xung/giây (xem 7.7);

và

$$\varepsilon_s = \frac{(R_s - R_0)}{0,1A \times 14,4} \times 1\,000$$

trong đó

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

A là diện tích của khay đếm, mm^2 ;

0,1A là khối lượng của kali clorua rắn hoặc tro trên khay đếm, tính theo mg (xem 7.8).

Chú thích 15 – Độ phóng xạ β của ^{40}K trong kali tự nhiên là 27,4 Bq/g (xem (4)) và vì vậy trong kali clorua con số đó là 14,4/1 000 Bq/mg. Một becquerel là một phân rã trên 1 giây.

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 đó công thức tổng quát (1) trở thành

$$\begin{aligned} c &= \frac{(R_b - R_0) \times 0,1A \times 14,4 \times m}{(R_s - R_0) \times 1\,000V \times 0,1A} \\ &= \frac{(R_b - R_0) \times 14,4 \times m}{(R_s - R_0) \times 1\,000 \times V} \end{aligned}$$

Công thức cuối cùng của độ phóng xạ c , Bq/l, trở thành:

$$c = \frac{(R_D - R_0) \times 14,4 \times m \times 1,02}{(R_S - R_0) \times 1\,000 \times V} \quad \dots(2)$$

Chú thích 16 – Điều quan trọng là hệ số 1,02 có trong công thức cuối, để hiệu chỉnh cho 20 ml axit nitric thêm vào trong một lít như chất làm ổn định (xem điều 6).

Nếu cần thiết biểu thị độ phóng xạ của mẫu không kể đến độ phóng xạ của ^{40}K cần phân tích, hàm lượng kali của mẫu gốc phù hợp với ISO 9964 - 1. Từ kết quả, tính độ phóng xạ sử dụng thông tin ở chú thích 15 và trừ đi nó từ trị số thu được đối với c .

9 Độ chính xác

9.1 Độ lệch chuẩn

Độ lệch chuẩn S_C liên quan tới độ phóng xạ của mẫu đã được trừ phòng được tính như sau:

$$S_C = \sqrt{\frac{R_0}{t_b} + \frac{R_0}{t_0}} \times \frac{14,4 \times m \times 1,02}{(R_a - R_0) \times 1000 \times V} \quad \dots(3)$$

trong đó

t_b và t_0 là thời gian đếm tương ứng của mẫu và phòng.

Độ lệch chuẩn do đếm nguồn chuẩn kali clorua là không quan trọng so với việc đếm của mẫu và do đó kết quả sẽ chỉ đưa ra độ lệch chuẩn "Do các sai số đếm đơn".

9.2 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện có thể đạt được trong việc xác định độ phóng xạ β , cho một xác suất sai số α hoặc hệ số k tin cậy, sẽ được tính gần đúng khi dùng công 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 đặc trưng của nguồn chuẩn, Bq/g.

Giới hạn phát hiện phụ thuộc vào thành phần vô cơ trong nước, sự có mặt của nuclit phóng xạ, thiết bị đo được dùng và thời gian đếm.

Các kết quả đưa ra trong bảng 1 thu được với mẫu thử ^{137}Cs (723 mBq/l).

Thời gian đếm vùng nguồn, tốc độ đếm phòng và các bậc tự do được đưa ra trong bảng 2.

9.3 Độ nhạy

Hiệu suất đếm giao động từ khoảng 0,05 đến 0,5 phụ thuộc vào năng lượng của hạt phóng xạ beta.

Dùng ^{40}K làm chuẩn, dẫn đến việc sai số dương với nuclit phóng xạ có $\beta_{\text{max}} > 1,32 \text{ MeV}$ và sai số âm với nuclit phóng xạ có β thấp hơn β_{max} .

Bảng 1

Phòng thí nghiệm	Tro		Giới hạn phát hiện m Bq/l
	s m/V \pm m/V ¹⁾		
AERE	522	1,4	40
LGC	578	2,8	70
WRC	535	2,5	114

AERE : Cơ quan nghiên cứu năng lượng nguyên tử (Harwell)
 LGC : Phòng thí nghiệm hoá học quốc gia (London)
 WRC : Trung tâm nghiên cứu nước (Stavenage)

1) Xem điều 7 về định nghĩa m và V

10 Kiểm tra nhiễu

10.1 Sự nhiễm bẩn

Kiểm tra sự nhiễm bẩn thuốc thử bằng cách cho 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 độ phóng xạ của mẫu. Kiểm tra sự nhiễm bẩn trong cả hệ thống bằng 1 lít \pm 10 ml nước cất đã axit hoá với 20 ml \pm 1 ml axit nitric (4.3), thêm vào đó 0,1A mg silicagen dùng cho sắc ký khí và đo độ phóng xạ. Độ phóng xạ này phải tương đương với độ phóng xạ của 0,1A mg silicagen trực tiếp trên khay đếm. Một lần nữa, phải đảm bảo độ phóng xạ so với mẫu là không đáng kể. Nếu độ phóng xạ lớn thì phải chọn thuốc thử có độ phóng xạ thấp hơn, hoặc phải làm mẫu

tràng sử dụng quy trình kiểm tra sự nhiễm của cả hệ thống đưa ra trong phần đầu của điều này thay cho việc xác định đã mô tả ở điều 7.7.

10.2 Sự thất thoát phóng xạ

Một số nuclit phóng xạ sẽ bị mất đi trong quá trình xác định hoặc không thể đo được bằng phương pháp đã dùng. Thí dụ, ^3H , ^{14}C và một số ^{35}S bị mất đi khi bay hơi và khi nung.

Các hạt phóng xạ beta có năng lượng thấp sẽ không đo được (hoặc hiệu suất đo được rất thấp) với $0,1 \text{ mg/mm}^2$ (10 mg/cm^2) hấp thụ trong và $0,07 \text{ mg/mm}^2$ (7 mg/cm^2) hấp thụ ngoài. Các loại nuclit phóng xạ trong dây uranium, ^{222}Rn bị mất đi trong quá trình xử lý nhưng, sẽ có mặt các con cháu phóng xạ $\beta^{214}\text{Bi}$ và ^{226}Ra .

Bảng 2

Phòng thí nghiệm	Diện tích nguồn cm^2	Thời gian đếm s	Tốc độ đếm nền c/s	Hiệu suất đếm đối với ^{40}K (số đếm/phân rã)	Bậc tự do (n - 1)	Độ phóng xạ đo được	
						mBq/l	% s
AERE	19,6	$1,2 \times 10^4$	0,014	0,29	5	370	6,9
LGC	20,3	6×10^4	0,116	0,29	5	401	3,7
WRC	19,6	6×10^4	0,153	0,30	5	409	16,9

AERE : Cơ quan nghiên cứu năng lượng nguyên tử (Harwell)
 LGC : Phòng thí nghiệm hoá học quốc gia (London)
 WRC : Trung tâm nghiên cứu nước (Stevenage)

10.3 Sự biến thiên độ nhạy của hệ thống

Chú thích 17 – Ảnh hưởng không thể tránh khỏi của sự tự hấp thụ sẽ dẫn tới sự thay đổi hiệu suất đếm mà hiệu suất này lại phụ thuộc vào thành phần của nước. Độ nhạy của hệ đối với các nuclit phóng xạ sẽ được xác định bằng việc thêm thạch anh hoặc các nguyên liệu trắng khác với một lượng đã biết của các dung dịch chuẩn của các nuclit phóng xạ này. Sau khi sấy khô cẩn thận và làm nguội, có thể chuẩn bị và đếm các nguồn dày $0,001\text{A mg/mm}^2$ ($0,1\text{A mg/cm}^2$). 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 các đồ thị chuẩn cho các chuẩn kali clorua (xem 7.8) và các khay đếm phóng (xem 7.7) đã dùng đếm với mỗi loạt mẫu.

Chi tiết trên có thể lấy từ ISO/CD 8465: -³⁾ Hướng dẫn đối với các đồ thị kiểm tra.

Chú thích 18 – 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 kali clorua đã biết khối lượng. Lượng được thêm vào cần đủ để đảm bảo rằng sau khi nung lượng tro còn lại ít nhất là 0,1A mg để chuẩn bị cho nguồn đếm.

11 Qui 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 và loại bỏ các chất thải phóng xạ trong khu vực.

12 Biên bản thử

Biên bản thử sẽ gồm các thông tin sau :

- a) ghi tham khảo tiêu chuẩn này ;
- b) ghi tất cả các chi tiết cần thiết cho việc hoàn thiện xác định mẫu, kể cả quá trình lấy mẫu;
- c) hàm lượng tổng phóng xạ β , tính theo becquerel /lít, đưa ra 3 số đặc trưng. Nếu kết quả thấp hơn giới hạn phát hiện (xem 9.2), hãy nêu giá trị thực tế;
- d) thời gian, ngày đếm và thời gian lấy mẫu;
- e) các đặc điểm đáng chú ý quan sát được trong quá trình xác định;
- f) các chi tiết thao tác không ghi trong tiêu chuẩn này;
- g) các bước thực hiện trong trình tự, thí dụ như việc lọc mẫu.

Phụ lục A

Tổng số chất rắn hoà tan đã được sấy khô 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 µm.

A.1.2 Các loại mẫu

Nước tự nhiên và nước bị nhiễm bẩn và một vài loại 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 rắn hoà tan trong 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 chất rắn hoà tan thu được khi sấy ở 180°C mg/l	Độ lệch chuẩn (trong một dãy)	Các bậc tự do mg/l
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 phụ thuộc vào loại cân được sử dụng.

A.1.7 Độ nhạy

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

A.1.8 Độ lệch

Độ lệch không xác định được, nhưng từ việc xem xét 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 có thể bay hơi (thí dụ, các muối amoni).

A.1.9 Sự nhiễu

Vẫn chưa có thử nghiệm đặc biệt nào, nhưng với nước có 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 cho phân tích

Phụ thuộc vào loại mẫu nước 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 µm.

A.2.2 Khả năng áp dụng

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

A.2.3 Xác định tổng chất rắn hoà tan

Phần nước lọc thu được từ việc xác định chất lơ lửng (phương pháp màng lọc) có thể dùng để xác định tổng chất rắn hoà tan (xem A.8.1, chú thích 20).

A.3 Nguyên tắc

Chất lơ lửng được loại khỏi một thể tích đo 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.

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 cellulose, đường kính 47 mm với kích thước lỗ 0,45 μm .

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

A.7.3 Các thiết bị lọc, gồm một phễu lọc có thể tháo rời và được gắn vào khung đỡ màng lọc.

A.7.4 Bình buchner, dung tích 500 ml.

A.7.5 Ống đong, dung tích 250 ml.

A.7.6 Lò sấy, có thể điều chỉnh nhiệt độ 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 tới $\pm 0,1$ 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 bay hơi, có dung tích 150 ml. Nên dùng đĩa platin nếu trong mẫu có chứa photphat.

A.8 Qui trình phân tích

Cảnh báo - Yêu cầu 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 19 và 20).

Chú thích

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

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

A.8.2 Lọc một lượng thích hợp của mẫu đã trộn kỹ, sao cho phần nước lọc không chứa nhiều hơn 200 mg chất rắn hoà tan (xem chú thích 19 và 21).

Chú thích 21 – Phần dư quá mức trên đĩa bay hơi có thể hình thành 1 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 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 tới 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 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 22 và 23). Làm nguội trong phòng hút ẩm và cân. Khối lượng này là m_C , g.

Chú thích

22) Khối lượng coi như không đổi khi khối lượng khác nhau giữa các lần sấy và cân liên tiếp là 0,5 mg hoặc ít hơn. (Nếu nó có thể xác định bằng thực tế, rằng đối với các loại mẫu nhất định, khối lượng coi như là không đổi sau 2 lần nung và rửa, chỉ cần 1 chu trình là đủ).

23) 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 khô ở nhiệt độ 180°C bằng công thức:

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

trong đó

m_C là khối lượng chất rắn đã sấy khô và đĩa, g;

m_B là khối lượng 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 nhiệt độ nung hay nhiệt độ sấy

Đối với một số mục đích, mẫu được sấy khô 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 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 hydroclorua. Thí dụ xem [5] của phụ lục B để tìm một qui trình thích hợp.

Phụ lục B
Tài liệu tham khảo

- (1) LEDERER, C.M và SHIRLEY, V.S. Bảng các chất đồng vị (in lần thứ 7), J. Wiley và Sons Inc., New York (1978), trang 1523.
 - (2) Ủy ban bảo vệ phóng xạ quốc tế, lần xuất bản 38, tập 11 - 13, 1983, Vận chuyển chất phóng xạ: Năng lượng và cường độ phát xạ, Nhà máy in Pergamon, Oxford.
 - (3) SUMERLING, T.J. và DARBY, S.C. Các hướng thống kê diễn giải các dụng cụ đếm để phát hiện mức phóng xạ thấp, NRPB - R113, Ủy ban bảo vệ phóng xạ quốc gia, Anh (1981).
 - (4) KOCHER, D.C. Các bảng số liệu sự phân rã phóng xạ, DOE ITIC - 11026, (1981).
 - (5) MORRIS, A.W. và RILEY, J.P. Nghiên cứu độ sâu của biển 11 (1964), pp. 899.
-