

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 12018:2017
ISO/ASTM 51026:2015**

Xuất bản lần 1

**BẢO VỆ BỨC XẠ -
THỰC HÀNH SỬ DỤNG HỆ ĐO LIỀU FRICKE**

Practice for use of a polymethylmethacrylate dosimetry system

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12018:2017 hoàn toàn tương đương với ISO/ASTM 51026:2015.

TCVN12018 :2017 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 85/SC2 *Bảo vệ bức xạ* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 12018:2017 có những thay đổi về biên tập cho phép như sau:

ISO/ASTM 51026 :2015	TCVN 21018:2017
Phụ lục X1	Phụ lục A
Phụ lục X2	Phụ lục B
Phụ lục X3	Phụ lục C

Bảo vệ bức xạ - Thực hành sử dụng hệ đo liều Fricke

Practice for using the Fricke dosimetry system

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn thực hành này đề cập các quy trình cho chuẩn bị, thử nghiệm và sử dụng hệ đo liều dùng dung dịch axit amoni sulfua sắt để đo liều hấp thụ đối với nước khi được phơi xạ với bức xạ ion hoá. Hệ thống này bao gồm một liều kế và thiết bị phân tích thích hợp. Hệ thống này được gọi là hệ đo liều Fricke. Hệ đo liều Fricke có thể được sử dụng như là hệ đo liều tiêu chuẩn cho quy chiếu hoặc hệ đo liều thường quy.

1.2 Tiêu chuẩn thực hành này là một tiêu chuẩn trong bộ tiêu chuẩn đưa ra các khuyến cáo cho việc thực hiện đo liều phù hợp trong xử lý bức xạ và mô tả biện pháp để đạt được sự tuân thủ với các yêu cầu của ISO/ASTM 52628 cho hệ đo liều Fricke. Tiêu chuẩn áp dụng cùng với ISO/ASTM 52628.

1.3 Tiêu chuẩn thực hành này mô tả các quy trình phân tích quang phổ cho hệ đo liều Fricke.

1.4 Tiêu chuẩn thực hành này chỉ áp dụng cho bức xạ gamma, bức xạ tia X (bức xạ hãm) và các điện tử năng lượng cao.

1.5 Tiêu chuẩn thực hành này được áp dụng với điều kiện sau:

1.5.1 Dải liều hấp thụ từ 20 Gy đến 400 Gy.

1.5.2 Suất liều hấp thụ không vượt quá 10^6 Gy.s^{-1} [2].

1.5.3 Đối với nguồn đồng vị phát gamma, năng lượng photon ban đầu lớn hơn 0,6 MeV. Đối với bức xạ tia X (bức xạ hãm), năng lượng ban đầu của các điện tử được sử dụng để tạo ra các photon bằng hoặc lớn hơn 2 MeV. Đối với các chùm điện tử, năng lượng điện tử ban đầu lớn hơn 8 MeV.

CHÚ THÍCH 1: Các giới hạn năng lượng thấp hơn được cho là phù hợp với ống liều kế hình trụ có đường kính 12 mm. Việc hiệu chỉnh cho hiệu ứng dịch chuyển và gradien liều dọc theo ống có thể được yêu cầu cho chùm điện tử. Hệ đo liều Fricke có thể được sử dụng cho các mức năng lượng thấp hơn bằng cách sử dụng các bình chứa liều kế mỏng hơn (theo hướng chùm tia) (xem ICRU Report 35).

1.5.4 Nhiệt độ chiếu xạ của liều kế phải nằm trong khoảng 10 °C đến 60 °C.

1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các quy tắc an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các quy định thích hợp về an toàn và sức khỏe, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

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

TCVN 9595-3:2013 (ISO/IEC Guide 98-3:2008)¹⁾, *Độ không đảm bảo đo - Phần 3: Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo* (GUM:1995);

TCVN 12019 (ISO/ASTM 51261), *Bảo vệ bức xạ - Thực hành hiệu chuẩn hệ đo liều thường quy cho xử lý bức xạ*;

TCVN 12021 (ISO/ASTM 51707) *Bảo vệ bức xạ - Hướng dẫn đánh giá độ không đảm bảo đo trong đo liều xử lý bức xạ*;

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

ASTM C912, *Standard Practice for Designing a Process for Cleaning Technical Glasses* (Thực hành thiết kế quy trình để làm sạch kính kỹ thuật);

ASTM E170, *Terminology relating to radiation measurements and dosimetry* (Thuật ngữ liên quan đến đo bức xạ và đo liều);

ASTM E178, *Standard Practice for Dealing With Outlying Observations* (Thực hành xử lý đối với các quan trắc xa điểm trung tâm);

ASTM E275, *Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Ultraviolet and Visible Spectrophotometers* (Thực hành mô tả và đo tính năng hoạt động của quang phổ kế tia cực tím và ánh sáng khả kiến);

ASTM E666, *Standard Practice for Calculating Absorbed Dose From Gamma or X Radiation* (Thực hành tính liều hấp thụ từ bức xạ Gamma hoặc tia X);

ASTM E668, *Standard Practice for Application of Thermoluminescence-Dosimetry (TLD) Systems for Determining Absorbed Dose in Radiation-Hardness Testing of electronic devices* (Thực hành áp dụng hệ đo liều nhiệt phát quang (TLD) để xác định liều hấp thụ trong thử nghiệm độ bền phóng xạ của thiết bị điện tử);

ASTM E925, *Standard practice for monitoring the calibration of ultraviolet-visible spectrophotometers whose spectral slit width does not exceed 2 nm* (Thực hành giám sát hiệu chuẩn phổ kế ánh sáng khả kiến – tia cực tím có độ rộng phổ không vượt quá 2 nm);

¹⁾ TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3:2008) hoàn toàn tương đương với JCGM 100: 2008, GUM 1995.

ASTM E958, *Standard Practice for Measuring Practical Spectral Bandwidth of Ultraviolet-Visible Spectrophotometers* (Thực hành đánh giá độ rộng phổ của phổ kế ánh sáng khả kiến – tia cực tím);

ISO/ASTM 52628, *Practice for dosimetry in radiation processing* (Thực hành đo liều trong xử lý bức xạ)

ICRU Report 14, *Radiation Dosimetry: X Rays and Gamma Rays with Maximum Photon Energies Between 0,6 and 50 MeV* (Đo liều bức xạ: Tia X và Tia Gamma với năng lượng photon lớn nhất từ 0,6 đến 50 MeV);

ICRU Report 35, *Radiation Dosimetry: Electron Beams with Energies Between 1 and 50 MeV* (Đo liều bức xạ: Chùm điện tử với năng lượng ban đầu từ 1 đến 50 MeV);

ICRU Report 64, *Dosimetry of High-Energy Photon Beams. Based on Standards of Absorbed Dose to Water* (Đo liều chùm photon năng lượng cao dựa trên các tiêu chuẩn của liều hấp thụ trong nước);

ICRU Report 80, *Dosimetry systems for use in Radiation processing* (Hệ đo liều sử dụng trong xử lý bức xạ);

ICRU Report 85a, *Fundamental Quantities and Units for Ionizing Radiation* (Các đại lượng và đơn vị cơ bản cho bức xạ ion hóa);

PIRS-0815 *The IRS Fricke dosimetry system* (Hệ thống đo liều Fricke IRS).

3 Thuật ngữ

3.1 Định nghĩa

3.1.1

Phòng thử nghiệm được thừa nhận (approved laboratory)

Viện đo lường quốc gia được thừa nhận; hoặc phòng thử nghiệm đã được chính thức công nhận theo TCVN ISO/IEC 17025; hoặc phòng thử nghiệm có một hệ thống quản lý chất lượng phù hợp với yêu cầu của TCVN ISO/IEC 17025.

Giải thích Viện đo lường quốc gia được thừa nhận hoặc phòng thử nghiệm hiệu chuẩn khác được công nhận theo tiêu chuẩn TCVN ISO/IEC 17025 cần được sử dụng để chiếu xạ liều kế hoặc đo liều để hiệu chuẩn nhằm đảm bảo khả năng liên kết chuẩn tới chuẩn quốc gia hoặc quốc tế. Giấy chứng nhận hiệu chuẩn được cung cấp bởi phòng thử nghiệm không có sự thừa nhận hoặc công nhận chính thức sẽ không được xem là có khả năng liên kết chuẩn theo chuẩn quốc gia hay quốc tế.

3.1.2

Hệ số hấp thụ tuyến tính mol (ϵ_m) (molar linear absorption coefficient)

Hằng số liên quan đến sự hấp thụ quang phổ (A_λ) của các loại phân tử hấp thụ quang ở bước sóng nhất định (λ) trên chiều dài đơn vị quang chạy (d) ứng với nồng độ mol (c) của loại đó trong dung dịch:

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

Đơn vị: $\text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$

3.1.3

Suất lượng hóa học bức xạ ($G(x)$) (radiation chemical yield)

Tỉ số của $n(x)$ trên $\bar{\varepsilon}$, trong đó $n(x)$ là lượng trung bình của một thực thể xác định x được tạo ra, bị phá hủy hoặc bị thay đổi bởi năng lượng trung bình $\bar{\varepsilon}$ truyền cho khối vật chất.

$$G(x) = \left(\frac{n(x)}{\bar{\varepsilon}} \right) \quad (2)$$

Đơn vị: mol.J⁻¹

3.1.4

Hệ đo liều chuẩn quy chiếu (reference standard dosimetry system)

Hệ đo liều, có chất lượng đo cao nhất sẵn có tại một khu vực nhất định hoặc trong một tổ chức xác định và từ đó các phép đo được thực hiện sẽ được dẫn chiếu theo.

3.1.5

Liều kế loại I (type I dosimeter)

Liều kế có chất lượng đo cao, đáp ứng của nó bị ảnh hưởng bởi các đại lượng tác động riêng lẻ theo một cách được xác định rõ ràng có thể được biểu thị dưới dạng các hệ số hiệu chỉnh độc lập.

3.2 Các định nghĩa khác sử dụng trong tiêu chuẩn này liên quan đến đo bức xạ và đo liều bức xạ có thể tham khảo trong ASTM E170. Các định nghĩa trong ASTM E170 tương thích với ICRU Report 85a và có thể được sử dụng làm tài liệu tham khảo thay thế.

4 Ý nghĩa và sử dụng

4.1 Hệ đo liều Fricke cung cấp một phương pháp đáng tin cậy để đo liều hấp thụ với nước, dựa trên quá trình oxy hóa các ion sắt (II) thành các ion sắt (III) trong dung dịch nước có tính axit bằng bức xạ ion hóa (ICRU 80, PIRS-0815, [4]). Trong các tình huống không yêu cầu liên kết chuẩn theo chuẩn quốc gia, hệ thống này có thể được sử dụng để xác định liều hấp thụ tuyệt đối mà không cần hiệu chuẩn, vì suất lượng hóa học bức xạ của các ion sắt đã được đặc trưng tốt (xem Phụ lục C).

4.2 Liều kế là một dung dịch bão hòa trong không khí của sắt (II) sulfat hoặc sắt (II) amoni sulfat chỉ thị liều hấp thụ theo sự tăng của độ hấp thụ quang học ở một bước sóng nhất định. Quang phổ kế đã hiệu chuẩn, sử dụng nhiệt kế để đo độ hấp thụ.

5 Tác động của các đại lượng ảnh hưởng

5.1 Đáp ứng của liều kế Fricke (thay đổi độ hấp thụ quang) đối với một liều bức xạ cho trước phụ thuộc vào nhiệt độ chiếu xạ và nhiệt độ đo. Do đó, có thể phải hiệu chỉnh cho các thay đổi đối với suất lượng hóa học bức xạ (G) cho nhiệt độ chiếu xạ và đối với hệ số hấp thụ tuyến tính mol (ε) cho nhiệt

độ đo. Cả ε (Fe^{3+}) và G (Fe^{3+}) tăng cùng với sự tăng của nhiệt độ. Các số viết dưới chữ cái chỉ nhiệt độ chiếu xạ và nhiệt độ đo. Cả hai nhiệt độ đều đo theo °C.

$$\varepsilon_{T_{meas}} = \varepsilon_{25}[1 + 0,0069(T_{meas} - 25)] \quad (3)$$

$$G_{T_{irrad}} = G_{25}[1 + 0,0012(T_{irrad} - 25)] \quad (4)$$

5.2 Suất lượng hóa học bức xạ phụ thuộc vào loại và năng lượng của bức xạ được sử dụng và cụ thể, và nó thay đổi đáng kể ở các mức năng lượng photon thấp^[5].

6 Nhiễm

6.1 Đáp ứng của liều kế Fricke cực nhạy với các tạp chất trong dung dịch, đặc biệt là các tạp chất hữu cơ. Ngay cả với lượng vết, tạp chất có thể gây ra sự thay đổi có thể phát hiện được trong đáp ứng được quan sát. Để có độ chính xác cao, các vật liệu hữu cơ sẽ không được sử dụng cho bất kỳ thành phần nào tiếp xúc với dung dịch, trừ khi đã chứng minh được rằng các vật liệu này không ảnh hưởng đến đáp ứng liều kế.

6.2 Các vết của các ion kim loại trong các dung dịch đo liều đã chiếu xạ và chưa bị chiếu xạ cũng có thể ảnh hưởng đến đáp ứng liều kế. Do vậy, không sử dụng kim loại trong bất kỳ thành phần nào tiếp xúc với dung dịch.

6.3 Nếu các ống hàn kín bằng nhiệt được sử dụng làm liều kế, cần thao tác rất cẩn thận khi đổ dung dịch vào ống để tránh sự lắng đọng của dung dịch trên cổ ống. Sự gia nhiệt sau đó trong quá trình hàn kín ống có thể gây ra thay đổi hóa học không mong muốn trong dung dịch đo liều còn lại bên trong cổ ống. Vì lý do này, cần thao tác cẩn thận để tránh làm nóng thân ống trong quá trình hàn kín.

6.4 Oxy hóa nhiệt (làm tăng độ hấp thụ quang) là một hàm số của nhiệt độ môi trường xung quanh khi không có bức xạ. Ở nhiệt độ phòng thử nghiệm bình thường (khoảng 20 °C đến 25 °C), hiệu ứng này có thể là đáng kể nếu có một khoảng thời gian dài giữa việc chuẩn bị dung dịch và phép đo quang phổ. Tác động này sẽ được thảo luận kỹ hơn trong 9.3.

6.5 Dung dịch đo liều là khá nhạy với ánh sáng cực tím và cần được giữ trong bóng tối khi bảo quản lâu dài. Không có biện pháp phòng tránh đặc biệt nào được yêu cầu trong quá trình xử lý thông thường trong điều kiện ánh sáng phòng thử nghiệm bình thường, nhưng cần phải tránh các nguồn UV mạnh như ánh sáng mặt trời.

7 Thiết bị, dụng cụ

7.1 Để phân tích các dung dịch đo liều, sử dụng một quang phổ kế với độ chính xác cao, có khả năng đo giá trị độ hấp thụ đến 2 với độ không đảm bảo đo không quá $\pm 1\%$ trong vùng 300 nm. Sử dụng cuvet thủy tinh thạch anh với độ dài quang học 5 mm hoặc 10 mm để đo độ hấp thụ quang của

dung dịch. Sức chứa của cuvet thủy tinh phải đủ nhỏ để cho phép nó được rửa sạch triệt để bằng dung dịch đo liều và vẫn còn lại một lượng dung dịch đủ để đổ vào cuvet đến mức thích hợp để đo độ hấp thụ. Đối với ống liều kể nhỏ hơn 2 mL, có thể cần phải sử dụng cuvet dung tích nhỏ bán phần. Các kỹ thuật xử lý dung dịch khác, ví dụ như việc sử dụng các cuvet lưu lượng dung tích nhỏ, có thể được sử dụng với điều kiện cần phải lưu ý các biện pháp để phòng để tránh ô nhiễm chéo. Phải kiểm soát nhiệt độ của dung dịch đo liều trong quá trình đo ở $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc phải xác định nhiệt độ dung dịch trong phân tích quang phổ và hiệu chỉnh độ hấp thụ đo được tại $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ sử dụng Công thức 3.

7.2 Sử dụng thủy tinh bosilicat hoặc thủy tinh chịu hóa chất tương đương để bảo quản thuốc thử và dung dịch đo liều chuẩn được chuẩn bị. Rửa sạch kỹ toàn bộ thiết bị trước khi sử dụng (xem ASTM C912).

7.2.1 Lưu giữ các đồ thủy tinh đã được làm sạch trong môi trường sạch, không có bụi. Để có độ chính xác cao, nung các đồ thủy tinh trong chân không ở $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 1 h^[6].

7.2.2 Một phương pháp khác thay cho việc nung đồ thủy tinh là đổ đầy dung dịch đo liều vào các bình chứa liều kế (ví dụ lọ đựng) và chiếu xạ chúng tại liều ít nhất 500 Gy. Khi bình chứa liều kế là cần thiết, đổ hết dung dịch đã bị chiếu xạ ra khỏi bình chứa, rửa bình chứa ít nhất 3 lần với dung dịch không bị chiếu xạ và sau đó đổ dung dịch đo liều vào lại bình chứa rồi cho chiếu xạ. Thời gian giữa việc nạp dung dịch đo, chiếu xạ và đo cần ngắn nhất có thể, tốt nhất là không quá vài giờ. Tham khảo Chú thích 2.

7.3 Sử dụng ống thủy tinh hàn kín hoặc bình chứa thủy tinh thích hợp khác để giữ dung dịch đo liều trong quá trình chiếu xạ.

CHÚ THÍCH 2: Để giảm thiểu đến mức thấp nhất các sai sót do sự khác biệt về tính chất hấp thụ bức xạ giữa vật liệu bình chứa và dung dịch Fricke, có thể sử dụng các hộp chứa bằng nhựa (ví dụ PMMA hoặc polystyren) để giữ dung dịch Fricke. Tuy nhiên, nhiều được thảo luận trong Điều 6 có thể làm giảm độ chính xác. Để khắc phục các vấn đề này, hộp chứa nhựa có thể được điều kiện hóa bằng cách chiếu xạ chúng khi đã đổ đầy dung dịch đo liều tại liều chiếu khoảng 500 Gy. Các hộp chứa sau đó phải được rửa kỹ bằng dung dịch không bị chiếu xạ trước khi sử dụng.

8 Thuốc thử

8.1 Trong toàn bộ các phép thử đều sử dụng các hóa chất cấp thuốc thử. Trừ khi có quy định khác, tất cả các thuốc thử phải phù hợp với các tiêu chuẩn hiện hành. Có thể sử dụng các loại khác, với điều kiện là các thuốc thử này có độ tinh khiết cao phù hợp, khi sử dụng không làm giảm độ chính xác của phép thử.

8.2 Độ tinh khiết của nước. Độ tinh khiết của nước là rất quan trọng vì nước là thành phần chính của dung dịch đo liều và do đó có thể là nguồn nhiễm bẩn chủ yếu. Khuyến cáo sử dụng nước chưng cất hai lần từ các bình chưng cất silicat toàn bộ là thủy tinh nối kín với nhau hoặc nước từ một bộ tinh chế nước thương mại chất lượng cao có thể đạt được hàm lượng cacbon oxit hóa tổng (TOC) dưới 5 ppb. Không khuyến cáo sử dụng nước đã khử ion.

CHÚ THÍCH 3: Nước cất hai lần được chưng cất từ dung dịch pemanganat kali (KMnO_4) (cho 2 g KMnO_4 và 5 g natri hydroxyt (NaOH) vào 2 L nước cất) được xem là phù hợp để chuẩn bị các dung dịch đo liều. Nước có độ tinh khiết cao có bán sẵn từ một số nhà cung cấp. Nước có cấp độ HPLC (sắc ký lỏng hiệu năng cao) thường là sạch các tạp chất hữu cơ để sử dụng trong tiêu chuẩn này.

8.3 Thuốc thử

8.3.1 Sắt amoni sulfat ngậm sáu phân tử nước ($(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

8.3.2 Natri clorua (NaCl).

8.3.3 Axit sulfuric (H_2SO_4)

9 Chuẩn bị liều kế

9.1 Chuẩn bị dung dịch đo liều

9.1.1 Hoà tan 0,392 g sắt amoni sulfat ngậm sáu phân tử nước, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ và 0,058 g natri clorua, NaCl , vào 12,5 mL axit sulfuric 0,4 mol.L⁻¹, H_2SO_4 . Pha loãng tới 1 L bằng bình định mức dung tích bằng axit sulfuric 0,4 mol L⁻¹ bão hòa trong không khí ở 25 °C. Để tạo ra dung dịch 0,4 M, sử dụng 41,0 g axit sulfuric 96,7 % cho vào 1 L nước.

CHÚ THÍCH 4: Natri clorua được sử dụng để giảm các ảnh hưởng bất lợi đối với đáp ứng của liều kế do các tạp chất vết hữu cơ.

9.1.2 Nếu dung dịch cuối cùng chưa bão hoà không khí, cần phải làm cho bão hòa. Lắc dung dịch sẽ là đủ để đạt được điều này. Cách khác là làm sủi bọt khí bằng cách cho khí có độ tinh khiết cao sục qua dung dịch nhưng cần cẩn thận để tránh sự nhiễm bẩn hữu cơ có thể có trong không khí. Nồng độ oxy trong dung dịch bão hòa không khí là đủ để đảm bảo đáp ứng tuyến tính của liều kế lên đến 400 Gy. Bảo quản dung dịch trong tối dung dịch đo liều trong hộp chứa thủy tinh borsilicat sạch.

9.2 Dung dịch đo liều có nồng độ như sau: sulfat sắt amoni 1×10^{-3} mol.L⁻¹; natri clorua 1×10^{-3} mol L⁻¹ và axit sulfuric 0,4 mol. L⁻¹.

9.3 Dung dịch đo liều sẽ oxy hóa từ từ ở nhiệt độ phòng và làm tăng độ hấp thụ quang học của dung dịch chưa bị chiếu xạ. Nếu dung dịch không được sử dụng trong một thời gian, cần đo độ hấp thụ của dung dịch không bị chiếu xạ, như mô tả trong 10.4. Nếu độ hấp thụ của một mẫu có chiều dài quang học 10 mm là lớn hơn 0,1, không được sử dụng dung dịch đó. Chuẩn bị một mẻ dung dịch mới để thay thế.

CHÚ THÍCH 5: Sự oxy hóa của dung dịch ở nhiệt độ phòng có thể giảm đáng kể bằng cách làm lạnh dung dịch, nhưng việc làm lạnh cũng có thể làm thay đổi nồng độ oxy.

9.4 Rửa các bình chứa liều kế (ống hoặc các dạng khác) ít nhất ba lần với dung dịch đo liều trước khi đổ dung dịch để chiếu xạ. Ngay cả khi đã rửa cẩn thận, luôn có dung dịch còn lại; Rửa liên tiếp nhiều lần sẽ giúp giảm thiểu ảnh hưởng này.

9.5 Đổ dung dịch đo liều vào hộp chứa liều kế sạch. Nếu thực hiện hàn kín bằng nhiệt, cần lưu ý các biện pháp phòng ngừa nêu trong 6.3.

9.6 Một phương pháp thay thế là sử dụng dung dịch gốc đậm đặc được mô tả trong Phụ lục A. Việc pha loãng mỗi lần từ dung dịch gốc phải được xử lý như một lô riêng cho mục đích hiệu chuẩn.

10 Hiệu chuẩn hệ đo liều

10.1 Trước khi sử dụng, hệ đo liều (bao gồm một lô liều kế và các dụng cụ đo cụ thể) phải được hiệu chuẩn theo quy trình đã được lập của người dùng. Quy trình này xác định chi tiết về các yêu cầu về hiệu chuẩn và bảo đảm chất lượng. Việc hiệu chuẩn này phải được lặp lại trong khoảng thời gian định kỳ để đảm bảo độ chính xác của phép đo liều hấp thụ được duy trì trong giới hạn yêu cầu. Các phương pháp hiệu chuẩn được mô tả trong TCVN 12019 (ISO/ASTM 51261).

CHÚ THÍCH 6: Chất lượng của hệ đo liều Fricke về nguyên lý là cao nếu được chuẩn bị và sử dụng chính xác và có thể xác định được liều bằng cách sử dụng các giá trị ϵ hay G đã được công bố, hoặc giá trị dẫn xuất của chúng. Tuy nhiên, liều được xác định theo cách này không thể được xem là có thể liên kết chuẩn theo chuẩn quốc gia hoặc quốc tế nếu không có bằng chứng bổ sung thêm, như so sánh với các chuẩn có thể liên kết chuẩn với chuẩn được đã biết. Để hoàn thiện, chi tiết của phương pháp này được đưa ra trong Phụ lục C, nhưng phương pháp này không được khuyến cáo sử dụng trong trường hợp việc liên kết chuẩn theo chuẩn quốc gia hoặc quốc tế là yêu cầu mang tính pháp quy.

10.2 **Chiếu xạ hiệu chuẩn cho liều kế.** Chiếu xạ là một thành phần quan trọng của việc hiệu chuẩn hệ đo liều.

10.2.1 Khi liều kế Fricke được sử dụng trong hệ đo liều chuẩn quy chiếu, chiếu hiệu chuẩn phải được thực hiện tại phòng thử nghiệm được công nhận, như được định nghĩa trong 3.1.1 và có khả năng liên kết chuẩn theo chuẩn quốc gia hoặc quốc tế.

10.2.2 Khi máy đo liều Fricke được sử dụng trong một hệ đo liều thường quy, chiếu hiệu chuẩn có thể được thực hiện theo 10.2.1 hoặc tại một cơ sở chiếu xạ sản xuất hoặc nghiên cứu với các liều kế chuẩn quy chiếu hoặc liều kế truyền chuẩn từ một hệ thống có khả năng liên kết chuẩn kết quả đo theo chuẩn quốc gia hoặc quốc tế được công nhận.

10.2.3 Chỉ định liều hiệu chuẩn cho liều hấp thụ trong nước.

10.2.4 Để hiệu chuẩn với photon, liều kế Fricke phải được chiếu xạ với điều kiện gần như cân bằng điện từ.

10.2.5 Khi sử dụng chùm điện từ để chiếu, đặt liều kế tại vị trí đã được xác định đặc trưng tốt trong trường bức xạ.

10.2.6 Đảm bảo rằng trường bức xạ trong thể tích bị chiếm bởi các liều kế là đồng nhất ở mức cao nhất có thể. Sự thay đổi suất liều trong thể tích này phải được biết và phải nằm trong giới hạn chấp nhận được cho độ không đảm bảo hiệu chuẩn được yêu cầu.

10.2.7 Liệu kê phải được hiệu chuẩn trong một trường bức xạ cùng loại và cùng năng lượng giống như trong trường hợp nó được sử dụng, trừ khi có bằng chứng chứng minh tính tương đương của đáp ứng.

10.2.8 Hiệu chuẩn từng lô liệu kê trước khi sử dụng.

10.2.9 Tách riêng năm liệu kê khỏi lô và không chiếu xạ chúng. Sử dụng chúng để xác định A_0 (xem 10.5.1).

10.2.10 Kiểm soát (hoặc giám sát) nhiệt độ của các liệu kê trong quá trình chiếu xạ. Tính hoặc đo nhiệt độ chiếu xạ trung bình của mỗi liệu kê với độ chính xác $\pm 2^\circ\text{C}$, hoặc tốt hơn.

10.2.11 Sử dụng một bộ ít nhất ba liệu kê cho mỗi giá trị liều hấp thụ.

10.2.12 Chiếu xạ bộ liệu kê nói trên tới ít nhất năm giá trị liều đã biết, bao phủ dải phạm vi sử dụng để xác định đường hiệu chuẩn cho hệ đo liều.

10.3 Hiệu chuẩn và xác nhận đặc trưng làm việc các dụng cụ đo. Để hiệu chuẩn các dụng cụ đo và để xác nhận đặc trưng làm việc của dụng cụ giữa các giá trị hiệu chuẩn xem TCVN 12019 (ISO/ASTM 51261) và các tài liệu hướng dẫn vận hành dụng cụ cụ thể.

10.3.1 Kiểm tra thang bước sóng của quang phổ kế và xác định độ chính xác của nó. Có thể sử dụng phổ phát xạ từ đèn hồ quang thủy ngân áp suất thấp. Đèn này có thể có từ nhà sản xuất quang phổ kế hoặc các nhà cung cấp dụng cụ thí nghiệm khoa học khác. Các tiêu chuẩn bước sóng thích hợp khác là các bộ lọc hoặc dung dịch oxit holmi. Để biết thêm chi tiết, xem ASTM E275, ASTM E925 và ASTM E958.

CHÚ THÍCH 7: Ví dụ, dung dịch oxit holmi trong cuvet thủy tinh kín để sử dụng trong vùng bước sóng 240 nm đến 650 nm là cho phép theo tiêu chuẩn bước sóng đã được chứng nhận (SRM 2034).

10.3.2 Kiểm tra độ chính xác của thang đo quang (độ hấp thụ) của quang phổ kế, đặc biệt là trong vùng cực tím trước và sau mỗi loạt phép đo. Các bộ lọc hoặc dung dịch tiêu chuẩn đo độ hấp thụ được chứng nhận là có sẵn cho mục đích này.

CHÚ THÍCH 8: Các dung dịch như SRM 931f và SRM 935⁷¹ và các bộ lọc kim loại trên thạch anh như SRM 2031 là những ví dụ về các tiêu chuẩn đo độ hấp thụ. Lưu ý rằng SRM 935 là một hóa chất tinh khiết phải được pha loãng bởi người sử dụng.

10.4 Phép đo

10.4.1 Đặt độ rộng băng phổ của quang phổ kế ở mức không quá 2 nm. Xác định bước sóng tối ưu của đỉnh hấp thụ của dung dịch bằng cách quét quang phổ của một mẫu chiếu xạ. Bước sóng tối ưu là bước sóng tương ứng với giá trị hấp thụ tối đa và nên nằm trong khoảng từ 302 nm đến 305 nm. Pic này là tương đối rộng và bước sóng tối ưu sẽ thay đổi tùy thuộc vào chất lượng của quang phổ kế. Đặt bước sóng ở pic và để nó ở đó cho các phép đo tiếp theo.

10.4.2 Đặt điểm cân bằng của quang phổ kế về điểm không mà chỉ có không khí (không có cuvet) trong (các) đường ánh sáng.

10.4.3 Đổ nước cất vào một khay sạch (hoặc tế bào lưu lượng) có chiều dài từ 5 nm đến 10 mm. Lau sạch chất lỏng trên bề mặt bên ngoài cuvet. Đo và ghi lại độ hấp thụ. Xem Chú thích 9.

CHÚ THÍCH 9: Việc rửa cuvet không cẩn thận (hoặc tế bào lưu lượng) giữa các dung dịch liệu kế có thể dẫn đến sai sót do ảnh hưởng truyền qua nhau giữa các dung dịch (ô nhiễm chéo). Các kỹ thuật để giảm thiểu tác động này được thảo luận trong [7]. Các ống hút nhỏ hoặc dụng cụ phân phối Hamilton được khuyến cáo cho quy trình rửa. Sẽ không có ý nghĩa khi cố gắng xác định chất lượng nước từ phép đo độ hấp thụ nước bởi vì nước tinh khiết có độ hấp thụ khoảng 0,0002 ở 303 nm. Việc mất ánh sáng do phản xạ từ bề mặt cuvet sẽ làm tăng độ hấp thụ.

10.4.4 Rút nước ra khỏi cuvet (hoặc cuvet lưu lượng) và rửa ít nhất hai lần với dung dịch từ một ống hoặc một hộp chứa khác. Thải bỏ các dung dịch rửa và đổ vào khay đến một mức thích hợp dung dịch từ cùng một hộp chứa. Lau sạch dung dịch trên bề mặt bên ngoài khay. Đặt khay vào bộ giữ mẫu của quang phổ kế và đo độ hấp thụ ngay sau khi số đọc của dụng cụ đã ổn định. Nếu cần thiết, hiệu chỉnh độ hấp thụ cho nhiệt độ trong quá trình đo (xem 7.1). Việc hiệu chỉnh nhiệt độ phải được áp dụng cho độ hấp thụ đo được sau khi trừ đi độ hấp thụ của tế bào chứa nước (10.4.3). Điều quan trọng là phải đọc độ hấp thụ của từng liệu kế ở cùng một khoảng thời gian sau khi đặt nó vào chùm ánh sáng của quang phổ kế. Điều này là cần thiết vì độ hấp thụ tăng chậm theo thời gian khi liệu kế nằm trong chùm sáng (có thể do sự oxy hóa của dung dịch bằng ánh sáng UV). Lặp lại quy trình này cho tất cả các dung dịch không bị chiếu xạ và đã chiếu xạ.

10.4.5 Kiểm tra điểm chỉ thị điểm không của quang phổ kế sau mỗi phép đo khi không sử dụng cuvet. Đo dung dịch không bị chiếu xạ trước và sau khi các dung dịch chiếu xạ được đọc. Định kỳ trong quá trình đo, đo kiểm tra lại độ hấp thụ của nước cất để phát hiện sự nhiễm bẩn của cuvet (hoặc tế bào lưu lượng) và có hành động khắc phục thích hợp nếu cần thiết.

10.5 Phân tích

10.5.1 Tính độ hấp thụ trung bình của các liệu kế không bị chiếu xạ A_0 (xem 10.2.9). Tính độ hấp thụ thực ΔA cho mỗi liệu kế chiếu xạ bằng cách lấy độ hấp thụ (A_i) trừ đi A_0 như sau:

$$\Delta A = A_i - A_0 \quad (5)$$

10.5.2 Hiệu chỉnh độ hấp thụ thực được đo ΔA theo độ hấp thụ thực kỳ vọng đối với nhiệt độ chiếu xạ 25 °C, sử dụng Công thức sau:

$$\Delta A_{25} = \Delta A / (1 + 0,0012(T_{\text{chiếu xạ}} - 25)) \quad (6)$$

10.5.3 Thiết lập đường hiệu chuẩn bằng cách vẽ đồ thị của các giá trị ΔA đã hiệu chỉnh tương ứng với liệu hấp thụ D. Khớp số liệu bằng phương pháp bình phương nhỏ nhất với một kiểu phân tích phù hợp để có sự khớp tốt nhất cho các số liệu. Số liệu cho các liệu kế Fricke này nên được khớp theo đa thức bậc một (hoặc bậc hai tại đầu trên của dải liệu) có dạng:

$$\Delta A_{25} = b_0 + b_1 D (+b_2 D^2) \quad (7)$$

10.5.4 Như một chỉ dẫn, giá trị của b_1 là vào khoảng $0,00360 \text{ Gy}^{-1}$ để đo độ hấp thụ được tạo ra trong một cuvet quang học có độ dài 10 mm.

CHÚ THÍCH 10: Phần mềm máy tính để thực hiện việc khớp bình phương tối thiểu của số liệu theo dạng đa thức hoặc các dạng phân tích khác là có bán sẵn. Thông tin thêm về các phương pháp toán học để xử lý dữ liệu hiệu chuẩn được đưa ra trong TCVN 12019 (ISO/ASTM 51261).

10.5.5 Đường cong hiệu chuẩn phải có khuynh hướng $\Delta A = 0$ ở liều zero. Giá trị ΔA đáng kể là dấu hiệu của dung dịch đo liều bị nhiễm bẩn bởi tạp chất.

CHÚ THÍCH 11: Các dung dịch không tinh khiết có thể sẽ cho đáp ứng tuyến tính của ΔA theo liều, nhưng với suất lượng hóa học bức xạ được nâng lên (G). Một phương pháp hữu ích để kiểm tra độ tinh khiết của dung dịch Fricke là so sánh đáp ứng đo liều (ΔA) của dung dịch Fricke chiếu xạ khi có và khi không có NaCl (tất cả các khía cạnh khác của việc chuẩn bị là giống nhau). Nếu các dung dịch là tinh khiết, sự khác biệt trong đáp ứng của dung dịch khi có và không có NaCl nên nhỏ hơn 0,5 %.

10.5.6 So sánh các giá trị hấp thụ thực của một hiệu chuẩn được cho với các giá trị được kỳ vọng dựa trên giá trị b_1 , nêu trong 10.5.4 và chiều dài quang học thích hợp. Đối với bức xạ của cobalt-60, sự thống nhất giữa hai giá trị phải nằm trong khoảng $\pm 2 \%$ nếu các dung dịch đo liều được chuẩn bị một cách thích hợp và tất cả các thiết bị phân tích liên quan đều được hiệu chuẩn tốt. Sự thống nhất của giá trị đáp ứng liều lượng từ các lô liệu kế khác nhau trong dải làm việc của hệ thống phải nằm trong khoảng $\pm 1 \%$.

10.5.7 Đánh giá khả năng tái lập (độ chụm) của các kết quả đo liều riêng lẻ hoặc là từ các kết quả của phép đo sao chép hoặc từ số liệu thống kê của việc khớp bình phương tối thiểu cho số liệu. Khả năng tái lập, biểu thị dưới dạng một độ lệch chuẩn, không được vượt quá 0,002 độ hấp thụ đối với chiều dài quang học 10 nm. Các số liệu nghi ngờ nằm tách riêng bên ngoài tập số liệu cần được kiểm tra bằng cách sử dụng các quy trình thống kê như các quy trình có thể tìm được trong ASTM E178.

11 Ứng dụng của hệ đo liều

11.1 Đối với hầu hết các ứng dụng, sử dụng tối thiểu hai liều kế cho mỗi lần đo liều. Số lượng liều kế cần thiết để đo liều hấp thụ trên hoặc trong vật liệu được xác định bởi độ tái lập của hệ đo liều và độ không đảm bảo đo yêu cầu gắn với ứng dụng. Phụ lục X3 của ASTM E668 mô tả một phương pháp thống kê để xác định số này.

11.2 Sử dụng quy trình chiếu xạ và đo theo 10.2.3, 10.2.9, 10.2.10, 10.4.1 đến 10.4.5, 10.5.1 và 10.5.2.

11.3 Xác định liều hấp thụ từ các giá trị độ hấp thụ thực và đường cong hiệu chuẩn.

CHÚ THÍCH 12: Liều hấp thụ trong các vật liệu không phải nước được chiếu xạ trong điều kiện tương đương có thể được tính toán bằng cách sử dụng các quy trình được đưa ra trong ASTM E666 và ASTM E668.

11.4 Ghi lại các giá trị liều hấp thụ được tính và tất cả các số liệu có liên quan khác như được nêu trong Điều 12.

12 Yêu cầu tài liệu tối thiểu

12.1 Hiệu chuẩn

12.1.1 Ghi lại số của lô liều kế (mã).

12.1.2 Ghi lại hoặc dẫn chiếu ngày tháng, nhiệt độ chiếu xạ, nhiệt độ đo, độ biến thiên nhiệt độ (nếu có), dải liều, nguồn bức xạ và thiết bị đo liên quan được sử dụng để hiệu chuẩn và phân tích liều kế.

12.2 Ứng dụng

12.2.1 Ghi lại ngày tháng và nhiệt độ chiếu xạ, độ biến thiên nhiệt độ (nếu có), ngày tháng và nhiệt độ đo độ hấp thụ đối với mỗi liều kế.

12.2.2 Ghi lại hoặc dẫn chiếu dạng và đặc tính của nguồn bức xạ.

12.2.3 Ghi lại độ hấp thụ, giá trị độ hấp thụ thực, hiệu chỉnh nhiệt độ (nếu áp dụng) và liều hấp thụ gây ra cho mỗi liều kế. Tham chiếu đường hiệu chuẩn được sử dụng để tính giá trị liều hấp thụ.

12.2.4 Ghi lại hoặc viện dẫn độ không đảm bảo đo trong liều hấp thụ (xem Điều 13).

12.2.5 Ghi lại hoặc viện dẫn kế hoạch đảm bảo chất lượng đo được sử dụng cho ứng dụng hệ đo liều.

13 Độ không đảm bảo đo

13.1 Tất cả các phép đo liều cần phải được đi kèm với một ước tính độ không đảm bảo đo. Các quy trình phù hợp được khuyến cáo trong TCVN 12021 (ISO/ASTM 51707) (xem thêm TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3)),

13.2 Tất cả các thành phần của độ không đảm bảo đo cần được liệt kê trong ước lượng, bao gồm độ không đảm bảo đo phát sinh từ hiệu chuẩn, độ tái lập của liều kế, độ tái lập của dụng cụ và ảnh hưởng của các đại lượng ảnh hưởng. Phân tích định lượng đầy đủ của các thành phần của độ không đảm bảo đo được gọi là bảng thành phần độ không đảm bảo và thường được trình bày dưới dạng một bảng. Thông thường, bảng thành phần độ không đảm bảo đo sẽ xác định được tất cả các thành phần quan trọng của độ không đảm bảo đo, cùng với các phương pháp đánh giá, phân bố thống kê và độ lớn.

13.3 Nếu thực hành này được tuân thủ, đánh giá độ không đảm bảo mở rộng của liều hấp thụ được xác định bởi hệ đo liều này phải thấp hơn 3 % đối với hệ số phủ $k = 2$ (tương ứng với mức độ tin cậy 95 % đối với số liệu phân bố chuẩn).

Phụ lục A
(Tham khảo)

Phương pháp thay thế để chuẩn bị dung dịch đo liều

A.1 Như một phương pháp thay thế cho việc chuẩn bị dung dịch đo liều được mô tả trong 9.1, hai dung dịch gốc đậm đặc riêng rẽ có thể được chuẩn bị và pha loãng khi cần.

A.2 Chuẩn bị các dung dịch gốc đậm đặc như sau:

A.2.1 Hoà tan 19,608 g sulfat sắt amoni trong 50 mL axit sulfuric (H_2SO_4) 0,4 mol.L⁻¹ và thêm axit sulfuric 0,4 mol.L⁻¹ để tạo 100 mL dung dịch. Nồng độ cuối cùng của sulfat sắt amoni ($(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) bằng 0,5 mol.L⁻¹.

A.2.2 Hòa tan 2,923 g natri clorua trong 50 mL axit sulfuric 0,4 mol.L⁻¹ và thêm axit sulfuric 0,4 mol.L⁻¹ để tạo ra 100 mL dung dịch. Nồng độ cuối cùng của natri clorua, NaCl bằng 0,5 mol.L⁻¹.

A.2.3 Giữ các dung dịch gốc này trong bình chứa thủy tinh bosilicat sạch, trong tối.

A.3 Chuẩn bị dung dịch đo liều từ dung dịch đậm đặc như sau:

A.3.1 Dùng pipet hút 1 mL dung dịch sắt amoni sulfat và 1 mL dung dịch natri clorua từ dung dịch gốc cho vào bình định mức 500 mL.

A.3.2 Thêm vào axit sulfuric 0,4 mol.L⁻¹ để tạo ra 500 mL dung dịch.

A.4 Dung dịch đo liều tạo ra sẽ có nồng độ mol tương tự như trong 9.2.

A.5 Chuẩn bị dung dịch đo liều mới khi cần và bảo quản trong hộp đựng thủy tinh bosilicat sạch, trong tối.

Phụ lục B
(Tham khảo)

Quy trình xác định ε cho các ion sắt

B.1 Mặc dù được khuyến cáo trong Phụ lục C rằng tích số $\varepsilon \cdot G$ được sử dụng để tính liều, có một số thành công trong việc xác định giá trị của ε bằng thực nghiệm đối với quang phổ kế cụ thể được sử dụng để đo độ hấp thụ của liều kế. Khi làm như vậy, khả năng thực hiện của quang phổ kế được xác minh độc lập. Một loạt các dung dịch ion sắt có nồng độ khác nhau được chuẩn bị và đo bằng quang phổ kế. Hệ số hấp thụ tuyến tính mol được xác định từ độ dốc của đường (Đồ thị của $\Delta A/d$ theo nồng độ). Độ dốc này cần có giá trị gần $219 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$.

B.2 Chuẩn bị dung dịch ion sắt đậm đặc như sau:

B.2.1 Cân khoảng 100 mg dây sắt tinh khiết về quang phổ (độ tinh khiết ít nhất 99,99 %) chính xác đến 0,1 mg.

B.2.2 Đặt dây sắt vào bình định mức cổ dài có dung tích 1000 mL.

B.2.3 Thêm 60 mL nước cất và 22,5 mL axit sulfuric đậm đặc (khối lượng riêng $1,84 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)

B.2.4 Làm nóng bình không đáy nắp một cách từ từ cho đến khi dây được hòa tan hoàn toàn. Lấy một bình úp ngược trên miệng bình, để dung dịch nguội dần. Trong quy trình này, cổ định cổ của bình ở góc 45° C so với phương ngang để tránh thất thoát dung dịch.

B.2.5 Thêm 3 mL đến 5 mL dung dịch hydro peroxit 35 %, H_2O_2 , vào bình và đun sôi dưới sự ngưng tụ hồi lưu trong khoảng từ 1/2 h đến 1 h hoặc cho đến khi các bọt khí của peroxit dư được loại bỏ hết. Để bình nguội đi và đặt nó trong bộ ủ nhiệt độ đặt ở $25^\circ \text{C} \pm 0,5^\circ \text{C}$. H_2O_2 sẽ hấp thụ một chút ở 303 nm, do đó bắt buộc rằng các bọt khí đã bị loại bỏ hết.

B.2.6 Pha loãng dung dịch với nước cất để có 1000 mL dung dịch.

B.3 Nồng độ mol ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) của các ion sắt, $C_{\text{chuẩn}}$, trong dung dịch chuẩn này được tính như sau:

$$C_{\text{chuẩn}} = m_{\text{Fe}} \cdot k / V \quad (\text{B.1})$$

Trong đó:

m_{Fe} khối lượng của sắt đã hòa tan, kg;

V thể tích dung dịch cuối cùng, L, và;

k hệ số chuyển đổi bằng $17,91 \text{ mol} \cdot \text{kg}^{-1}$ đối với sắt.

B.4 Dung dịch chuẩn sẽ có độ hấp thụ khoảng bằng 4 ở 303 nm. Lấy các mẫu của dung dịch chuẩn với lượng 1 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, và 25 mL cho vào sáu bình định mức 100 mL. Pha loãng mỗi mẫu bằng cách đổ thêm axit sulfuric 0,4 mol.L⁻¹ cho đầy đến vạch 100 mL. Các mẫu này phải có độ hấp thụ từ 0,04 đến 1.

B.5 Nồng độ mol của mỗi dung dịch mẫu pha loãng, C_s , được tính như sau:

$$C_s = C_{ref}/S \quad (B.2)$$

Trong đó:

S thể tích cuối cùng (100 mL) chia cho thể tích mẫu ban đầu (1 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL và 25 mL).

B.6 Đo độ hấp thụ của các dung dịch mẫu đã pha loãng trong đĩa có chiều dài 10 mm ở nhiệt độ $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ sử dụng các quy trình trong 10.3.

B.7 Vẽ đồ thị các giá trị độ hấp thụ cho nồng độ mẫu. Kết quả phải là một đường thẳng. Độ dốc là hệ số hấp thụ tuyến tính mol. So sánh độ dốc này với giá trị tham chiếu là $219\text{ m}^2.\text{mol}^{-1}$.

Phụ lục C

(Tham khảo)

Quy trình tính liều dựa trên ε và G

C.1 Tính độ hấp thụ trung bình của các liều kế không bị chiếu xạ, A_0 (xem 10.2.9). Tính độ hấp thụ thực, ΔA , cho mỗi liều kế chiếu xạ bằng cách lấy độ hấp thụ (A_i) trừ đi A_0 trong như sau:

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

C.2 Công thức cơ bản để tính liều hấp thụ trong dung dịch liều kế, D_F , như sau:

$$D_F = \Delta A / (\varepsilon \cdot G \cdot \rho \cdot d) \quad (\text{C.2})$$

Trong đó:

D_F liều hấp thụ vào dung dịch Fricke (Gy)

ΔA độ hấp thụ thực ở bước sóng tối ưu (302 nm đến 305 nm),

ρ khối lượng riêng của dung dịch đo liều, bằng $1,024 \times 10^3 \text{ kg.m}^{-3}$ ở 25°C .

ε hệ số hấp thụ tuyến tính mol của các ion sắt (Fe^{3+}), $\text{m}^2.\text{mol}^{-1}$,

G suất lượng hóa học bức xạ của các ion sắt (Fe^{3+}), mol.J^{-1} và

D độ dài quãng chạy quang học của dung dịch đo liều trong đĩa, m.

C.3 Khi sử dụng Công thức C.2, giá trị của các thông số ở vế bên phải của Công thức phải là các giá trị cho nhiệt độ thích hợp, tức là giá trị của ε phải là giá trị của nó đối với nhiệt độ mà độ hấp thụ của dung dịch Fricke được đo và giá trị của G phải là giá trị của nó đối với nhiệt độ mà ở đó dung dịch Fricke bị chiếu xạ. Các giá trị của ε và G đã được biết rõ đối với nhiệt độ 25°C và hệ số nhiệt độ của chúng đã được biết. Các giá trị của ε , G , hoặc tích số $\varepsilon.G$ cho một nhiệt độ cho trước $T^\circ\text{C}$ có thể được tính bằng cách sử dụng Công thức C.3 và C.4 (xem Báo cáo NRCC PIRS-0815). Cả $\varepsilon (\text{Fe}^{3+})$ và $G (\text{Fe}^{3+})$ tăng khi nhiệt độ tăng.

$$\varepsilon_{T_{\text{meas}}} = \varepsilon_{25} [1 + 0,0069(T_{\text{meas}} - 25)] \quad (\text{C.3})$$

$$G_{T_{\text{chiếu}}} = G_{25} [1 + 0,0012(T_{\text{chiếu}} - 25)] \quad (\text{C.4})$$

CHÚ THÍCH C.1: Mặc dù ICRU 35 là một tài liệu viện dẫn quan trọng, Công thức (5.7) trong ICRU 35 đưa nhiệt độ trong các dấu ngoặc theo thứ tự không chính xác. ICRU 64 đưa ra Công thức trong dạng chính xác nhưng lại tham chiếu đến ICRU 35 mà không đề cập đến lỗi.

C.4 Các giá trị ρ và d cũng cần phải tương ứng với các giá trị của chúng ở nhiệt độ của dung dịch Fricke khi độ hấp thụ được đo. Việc sử dụng các giá trị "nhiệt độ trong phòng" thường được xem là phù hợp cho đo liều chính xác. Công thức C.3 và Công thức C.4 có giá trị đối với dải nhiệt độ chiếu xạ từ 10°C đến 60°C và cho dải nhiệt độ đo độ hấp thụ từ 15°C đến 35°C .

CHÚ THÍCH C.2: Dựa trên Công thức C.3 và Công thức C.4, có thể thấy rằng $\varepsilon (\text{Fe}^{3+})$ và $G (\text{Fe}^{3+})$ tăng khi nhiệt độ tăng. Các giá trị khuyến cáo cho ε và G ở 25°C là: $\varepsilon = 219 \text{ m}^2.\text{mol}^{-1}$ và $G = 1,61 \times 10^{-6} \text{ mol.J}^{-1}$ (xem ICRU 14 và ICRU 35). Quy trình để xác định ε được cho trong Phụ lục B.

C.5 Các giá trị ε và G có thể phải được điều chỉnh cho nhiệt độ theo Công thức C.3 và Công thức C.4. Nhiệt độ tại thời điểm đo và khi chiếu xạ dung dịch Fricke phải được biết.

$$D_F = \frac{\Delta A [1 + 0,0069(25 - T_{meas})][1 + 0,0012(25 - T_{irrad})]}{(\varepsilon_{25} \cdot G_{25} \cdot \rho \cdot d)} \quad (C.5)$$

CHÚ THÍCH C.3: Trong việc đưa "hiệu chỉnh" từ mẫu số tới tử số, phép trừ nhiệt độ trong dấu ngoặc đơn đã được đảo ngược. Đây không phải là một cách chính xác để có được kết quả của Công thức C.3 và Công thức C.4, nhưng các lỗi gây ra thường được coi là không đáng kể. Ví dụ, nếu độ hấp thụ được đo ở 30 °C, Công thức C.5 sẽ cho giá trị nhỏ hơn 0,1 % so với Công thức C.3 và nếu nhiệt độ chiếu xạ là 60 °C, Công thức C.5 sẽ cho giá trị nhỏ hơn 0,2 % so với Công thức C.4.

C.6 Để tính liều hấp thụ trong nước, D_w , sử dụng Công thức sau (ICRU Report 35):

$$D_w = 1,004 D_F \quad (C.6)$$

C.7 Lượng hấp thụ trong nước, D_w , cũng có thể được xác định từ liều hấp thụ trung bình trong dung dịch Fricke, D_F , sử dụng Công thức sau (ICRU 64):

$$D_w = (\mu_{en}/\rho)_{w,F} \cdot P_{w,F} \cdot D_F \quad (C.7)$$

Trong đó

$(\mu_{en}/\rho)_{w,F}$ là tỉ số của hệ số hấp thụ năng lượng khối của nước so với dung dịch Fricke;

$P_{w,F}$ là hệ số hiệu chỉnh nhiễu gây bởi thành hộp chứa liều kể nếu nó không tương đương nước. Nếu một tế bào chiếu xạ plastic đơn được sử dụng, $P_{w,F}$ nhìn chung là không đáng kể.

C.8 Tích $\varepsilon \cdot G$ nên được sử dụng trong Công thức C.2 và Công thức C.5 hơn là sử dụng các giá trị ε và G được xác định riêng lẻ (xem ICRU Report 35). Điều này là do lỗi hệ thống lớn trong đo ε đã được phát hiện bởi một số nhà nghiên cứu. Đối với phép chiếu xạ hoặc hấp thụ ở 25 °C, giá trị khuyến cáo cho $\varepsilon \cdot G$ tại 303 nm là $3,52 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$. Đối với chiếu xạ và đo độ hấp thụ ở nhiệt độ khác 25 °C, hiệu chỉnh giá trị $\varepsilon \cdot G$ sử dụng Công thức C.3 và Công thức C.4.

C.9 Đối với nhiệt độ chiếu xạ và đo độ hấp thụ ở 25 °C, với đĩa có độ dài quang chạy quang học 10 mm và sử dụng giá trị $\varepsilon \cdot G$ trong C.8, Công thức C.2 sẽ còn lại là:

$$D_w = 278 \Delta A \quad (C.8)$$

CHÚ THÍCH C.4: Dung dịch không tinh khiết có thể tạo ra đáp ứng tuyến tính của ΔA so với liều, nhưng với suất lượng hóa học bức xạ được tăng cao (G). Ngoài ra, tạp chất có thể dẫn đến thay đổi trong đáp ứng ở mức liều thấp từ đó gây ra sự chệch biểu kiến trong tương quan ΔA so với liều. Một phương pháp hữu ích để kiểm tra độ tinh khiết của dung dịch Fricke là so sánh đáp ứng liều (ΔA) của dung dịch Fricke bị chiếu xạ khi có và không có NaCl (tất cả các khía cạnh khác của việc chuẩn bị là giống nhau). Nếu dung dịch là tinh khiết, sự khác biệt trong đáp ứng của dung dịch khi có và không có NaCl phải nhỏ hơn 0,5 %.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Sehested, K., "The Fricke Dosimeter", *Manual on Radiation dosimetry*, edited by Holm, N. W., and Berry, R. J., Marcel Dekker, pp. 313 -317, 1970.
 - [2] Holm, N. W., and Zagorski, Z.P., "Aqueous Chemical Dosimetry" *Manual on Radiation dosimetry*, edited by Holm, N. W., and Berry, R. J., Marcel Dekker, pp. 87-104, 1970.
 - [3] Sharpe, P. H. G., and Burns, D. T., "The Relative response of Fricke, Dichromate and Aniline dosimeters to ^{60}Co and High Energy Electron Beam Radiation", *Journal of Radiation Physics and Chemistry*, Vol 46, 1995, p. 1273.
 - [4] Fricke, H., and Hart, E. J., "Chemical dosimetry" *Radiation dosimetry*, 2nd Edition, Vol 2, Academic press, pp 167-239, 1966.
 - [5] McLaughlin, W. L., Boyd, A. W., Chadwick, K. H., McDonald, J. C., and Miller, A., Chapter 8 and Appendix X2 in *Dosimetry for Radiation Processing*, Taylor and Francis, London, 1989.
 - [6] Ellis, S. C., "The dissemination of Absorbed dose Standards by Chemical Dosimetry mechanism and use of the Fricke dosimeter," *Ionizing Radiation Metrology*, pp. 163-180, 1977.
 - [7] Burke, R. W., and Mavrodineanu, R., "Standard Reference materials: Certification and use of acidic Potassium Dichromate Solutions as an ultraviolet Absorbance Standard-SMR 935" NBS Special Publication 260-54, 1977.
-