

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8768:2011
ISO/ASTM 51205:2009**

Xuất bản lần 1

**TIÊU CHUẨN THỰC HÀNH
SỬ DỤNG HỆ ĐO LIỀU CERIC-CEROUS SULFAT**

Standard practice for use of a ceric-cerous sulfate dosimetry system

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8768:2011 hoàn toàn tương đương với ISO/ASTM 51205:2009;

TCVN 8768:2011 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F5 Vệ sinh thực phẩm và chiếu xạ biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Tiêu chuẩn thực hành sử dụng hệ đo liều ceric-cerous sulfat¹⁾

Standard practice for use of a ceric-cerous sulfate dosimetry system

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này đưa ra các qui trình chuẩn bị, thử nghiệm và sử dụng hệ đo liều ceric-cerous sulfat để xác định liều hấp thụ (tính theo liều hấp thụ trong nước) trong các vật liệu được chiếu xạ bằng photon (bức xạ gamma hoặc bức xạ tia X/bức xạ hãm) hoặc electron mức năng lượng cao. Hệ này bao gồm liều kế và các thiết bị phân tích thích hợp. Cách gọi ngắn gọn là hệ sulfat ceric-cerous. Hệ này được phân loại là hệ đo liều chuẩn chính (xem ISO/ASTM Guide 51261). Các liều kế ceric-cerous cũng được sử dụng như liều kế truyền chuẩn hoặc liều kế đo thường xuyên.

1.2 Tiêu chuẩn này mô tả cả quy trình đo quang phổ và quy trình đọc điện thế cho hệ đo liều ceric-cerous.

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

1.3.1 Dải liều hấp thụ trong dải từ 0,5 kGy đến 50 kGy (1)²⁾.

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

1.3.3 Đối với các nguồn phóng xạ tia gamma, năng lượng photon ban đầu phải lớn hơn 0,6 MeV. Đối với các photon bức xạ hãm thì năng lượng của các điện tử được sử dụng để tạo các photon hãm phải lớn hơn hoặc bằng 2 MeV. Đối với các chùm điện tử, năng lượng điện tử ban đầu phải lớn hơn 8 MeV.

CHÚ THÍCH 1 Các giới hạn năng lượng thấp hơn thì thích hợp cho các liều kế hình trụ có đường kính 12 mm. Cần hiệu chỉnh các gradient liều dọc theo ống liều kế có đường kính nhỏ hơn hoặc bằng 12 mm là không cần thiết đối với bức xạ

¹⁾ Tiêu chuẩn này thuộc thẩm quyền của Ban kỹ thuật ASTM E 10 Công nghệ và ứng dụng hạt nhân, thuộc trách nhiệm của Tiểu ban kỹ thuật E10.01 Hệ đo liều và Ứng dụng và cũng thuộc thẩm quyền của ISO/TC 85/WG 3.

Ấn bản hiện hành được thông qua vào ngày 18 tháng 6 năm 2008, được xuất bản tháng 6 năm 2009, nguyên bản là ASTM E 1205-88. Bản soát xét gần đây nhất là ASTM E 1205-99. ASTM E 1205-93 được ISO thông qua vào năm 1998 với số hiệu tiêu chuẩn là ISO 15555:1998 (E). Tiêu chuẩn ASTM/ISO 51205:2009 (E) hiện hành là bản soát xét chính của ISO/ASTM 51205:2002 (E) và thay thế ISO 15555.

²⁾ Số in đậm trong dấu ngoặc đơn là số liệt kê tài liệu trong Thư mục tài liệu tham khảo ở trang cuối của tiêu chuẩn này.

photon, nhưng có thể cần cho bức xạ chùm điện tử (2). Hệ ceric-cerous có thể được sử dụng ở mức năng lượng thấp hơn bằng cách sử dụng các ống liều kế mỏng hơn (theo hướng của chùm tia).

1.3.4 Nhiệt độ chiếu xạ của liều kế phải lớn hơn 0 °C và nhỏ hơn 62 °C (3).

CHÚ THÍCH 2 Sự phụ thuộc nhiệt độ của độ nhạy liều kế được biết chỉ nằm trong dải này (xem 4.3). Khi nằm ngoài dải nhiệt độ này thì cần xác định sự phụ thuộc vào nhiệt độ.

1.4 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là phải tự xác lập các tiêu chuẩn thích hợp về thực hành an toàn và sức khoẻ và xác định khả năng áp dụng các giới hạn luật định trước khi sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

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

2.1 Tiêu chuẩn ASTM³⁾

ASTM C 912, *Practice for designing a process for cleaning technical glasses* (Thực hành thiết kế quy trình làm sạch các dụng cụ thủy tinh công nghiệp).

ASTM E 170, *Terminology relating to radiation measurements and dosimetry* (Thuật ngữ liên quan đến các phép đo bức xạ và đo liều).

ASTM E 178, *Practice for dealing with outlying observations* (Thực hành đối với việc quan sát ở xa).

ASTM E 275, *Practice for describing and measuring performance of ultraviolet and visible spectrophotometers* (Thực hành sử dụng máy đo quang phổ tử ngoại, nhìn thấy để mô tả và đo đặc).

ASTM E 666, *Practice for calculating absorbed dose from gamma or X-radiation* (Thực hành về tính toán liều hấp thụ của bức xạ gamma hoặc tia X).

ASTM E 668, *Practice for application of thermoluminescence-dosimetry (TLD) systems for determining absorbed dose in radiation-hardness testing of electronic devices* (Thực hành đối với việc ứng dụng các hệ đo liều nhiệt huỳnh quang (TLD) để xác định liều hấp thụ trong việc thử nghiệm khả năng chịu bức xạ của các thiết bị điện tử).

ASTM E 925, *Practice for monitoring the calibration of ultraviolet-visible spectrophotometers whose spectral slit width does not exceed 2 nm* (Thực hành kiểm soát việc hiệu chuẩn máy đo quang phổ tử vùng khả kiến có quang phổ truyền qua dải hẹp không vượt quá 2 nm).

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

ASTM E 958, *Practice for measuring practical spectral bandwidth of ultraviolet-visible spectrophotometers* (Thực hành đo thực tế dải thông phổ của quang phổ kế tử ngoại và nhìn thấy).

2.2 Tiêu chuẩn ISO/ASTM³⁾

ISO/ASTM 51261, *Guide for selection and calibration of dosimetry systems for radiation processing* (Hướng dẫn lựa chọn và hiệu chuẩn các hệ đo liều trong công nghệ xử lý bằng bức xạ).

ISO/ASTM 51400, *Practice for characterization and performance of a high-dose radiation dosimetry calibration laboratory* (Thực hành xác định các đặc tính và chất lượng vận hành của phòng thử nghiệm hiệu chuẩn liều cao trong phép đo liều bức xạ).

ISO/ASTM 51707, *Guide for estimating uncertainties in dosimetry for radiation processing* (Hướng dẫn đánh giá độ không đảm bảo đo dự đoán đối với các phép đo liều trong công nghệ xử lý bằng bức xạ).

2.3 Báo cáo của Cơ quan Quốc tế về các Đơn vị và các Phép đo liều bức xạ (ICRU)⁴⁾

ICRU Report 14, *Radiation dosimetry: X-rays and gamma rays with maximum photon energies between 0.6 MeV and 60 MeV* (Đo liều bức xạ: tia X và gamma với năng lượng photon tối đa từ 0,6 MeV đến 60 MeV).

ICRU Report 34, *The dosimetry of pulsed radiation* (Đo liều bức xạ xung).

ICRU Report 35, *Radiation dosimetry: electrons with initial energies between 1 and 50 MeV* (Đo liều bức xạ: Đối với chùm điện tử với năng lượng ban đầu trong khoảng từ 1 MeV đến 50 MeV).

ICRU Report 37, *Stopping powers for electrons and positrons* (Các năng lượng dừng đối với các điện tử và positron).

ICRU Report 60, *Radiation quantities and units for ionizing radiation* (Các đại lượng và đơn vị đo đối với bức xạ ion hoá).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 Định nghĩa

3.1.1

Hiệu chuẩn (calibration)

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

⁴⁾ Ủy ban quốc tế về đơn vị và phép đo bức xạ (ICRU), 7910 Woodmont Ave., Suite 800, Bethesda, MD 20814, Mỹ.

3.1.1.1 Giải thích: Các điều kiện hiệu chuẩn bao gồm các điều kiện môi trường, điều kiện chiếu xạ có mặt trong suốt quá trình chiếu xạ, bảo quản và đo liều của các liều kế, được sử dụng để dựng đường chuẩn. Để đạt được các điều kiện môi trường ổn định thì có thể cần đảm bảo các điều kiện của liều kế trước khi thực hiện quy trình hiệu chuẩn.

3.1.2

Đường chuẩn (calibration curve)

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

3.1.3

Liều kế ceric-cerous (ceric-cerous dosimeter)

Dung dịch của ceric sulfat và cerous sulfat trong axit sulfuric, chứa trong vật chứa kín thích hợp, như các ống thủy tinh, mà ở đó sự thay đổi về thế điện cực hoặc độ hấp thụ quang tạo bức xạ do bức xạ của dung dịch liên quan đến liều hấp thụ trong nước.

3.1.4

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

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

3.1.5

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

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

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

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

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

3.1.6

Số gia của độ hấp thụ, (ΔA) [net absorbance, (ΔA)]

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

$$\Delta A = |A - A_o| \quad (2)$$

3.1.7

Hiệu suất hóa học bức xạ, $G(x)$ [radiation chemical yield, $G(x)$]

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

$$G(x) = \frac{n(x)}{\bar{\varepsilon}} \quad (3)$$

Đơn vị SI: mol.J⁻¹.

3.1.8

Liều kế chuẩn chính (reference-standard dosimeter)

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

3.1.9

Hàm đặc trưng độ nhạy (response function)

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

3.1.10

Liều kế đo thường xuyên (routine dosimeter)

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

3.1.11

Liều kế truyền chuẩn (transfer-standard dosimeter)

Thông thường liều kế chuẩn chính thích hợp để vận chuyển từ các địa điểm khác nhau được sử dụng, để so sánh các phép đo liều hấp thụ.

3.2 Định nghĩa về các thuật ngữ đặc thù dùng trong tiêu chuẩn này**3.2.1**

Thế điện cực, E (electropotential, E)

Chênh lệch về điện thế giữa các dung dịch trong hai khoang của pin điện hóa, đo bằng milivol.

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

4 Ý nghĩa và ứng dụng

4.1 Hệ ceric-cerous đưa ra phương pháp tin cậy để đo liều hấp thụ trong nước. Phương pháp này dựa trên quá trình khử các ion ceric thành ion cerous trong dung dịch nước axit bằng bức xạ ion hoá (1, 4).

CHÚ THÍCH 3 Hệ ceric-cerous mô tả trong tiêu chuẩn này là bổ sung cerous-sulfat vào dung dịch ban đầu để giảm các ảnh hưởng của tạp chất hữu cơ và để thực hiện đo điện thế. Các hệ khác được sử dụng để đo liều bao gồm các dung dịch ceric-sulfat hoặc ceric amoni sulfat trong axit sulfuric không bổ sung cerous sulfat vào dung dịch ban đầu. Các hệ liều khác dựa trên cùng một qui trình khử ion ceric thành ion cerous nhưng không bao gồm trong tiêu chuẩn này.

4.2 Liều kế là dung dịch ceric sulfat và cerous sulfat trong axit sulfuric đựng trong vật chứa thích hợp như các ống thủy tinh được hàn kín. Dung dịch này chỉ thị mức liều hấp thụ bằng sự thay đổi (giảm) độ hấp thụ quang tại bước sóng qui định trong vùng tia cực tím, hoặc thay đổi (tăng) trong thế điện cực. Máy đo quang phổ đã hiệu chuẩn được dùng để đo độ hấp thụ và máy đo điện thế, có pin được thiết kế đặc biệt, được sử dụng để xác định thế điện thế, tính bằng milivol.

4.3 Độ nhạy của liều kế phụ thuộc vào nhiệt độ chiếu xạ vì hiệu suất bức xạ hóa học ($G(\text{Ce}^{3+})$) phụ thuộc vào nhiệt độ. Sự phụ thuộc của $G(\text{Ce}^{3+})$ xấp xỉ bằng $-0,2 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ trong dải nhiệt độ từ $0 \text{ } ^\circ\text{C}$ đến $62 \text{ } ^\circ\text{C}$ (3, 5, 6). Sự phụ thuộc nhiệt độ chiếu xạ này ít phụ thuộc vào nồng độ ion cerous ban đầu (xem 10.6.3).

4.4 Liều hấp thụ trong vật liệu khác không phải nước khi được chiếu xạ trong các điều kiện tương đương có thể tính được theo các qui trình trong ASTM Practice E 666, ASTM Practice E 668 và ISO/ASTM Guide 51261.

CHÚ THÍCH 4 Thảo luận về các phương pháp đo liều khác nhau có thể áp dụng cho các loại bức xạ và năng lượng trong tiêu chuẩn này xem ICRU Report 14, 34, 35 và 37.

5 Sự nhiễu tạp

5.1 Dung dịch đo liều ceric-cerous rất nhạy với tạp chất, đặc biệt là tạp chất hữu cơ. Thậm chí chỉ một vết rất nhỏ các tạp chất có thể gây ra sự thay đổi nhìn thấy được của độ nhạy liều kế (7). Không sử dụng các vật liệu hữu cơ trong bất kỳ một thành phần nào tiếp xúc với dung dịch trừ khi vật liệu đó được thử nghiệm cho thấy không ảnh hưởng đến độ nhạy của liều kế. Có thể giảm thiểu ảnh hưởng của một lượng nhỏ tạp chất hữu cơ bằng cách bổ sung ion cerous vào dung dịch (8, 9). Các phương pháp làm tinh sạch nước dùng để chuẩn bị các liều kế ceric-cerous được mô tả trong 7.2.

5.2 Những thay đổi hoá học không mong muốn trong dung dịch đo liều có thể xảy ra nếu không hàn kín ống liều kế (xem 8.7).

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Phương pháp đo quang phổ

Để phân tích dung dịch đo liều, sử dụng máy đo quang phổ có độ chính xác cao có khả năng đo các giá trị độ hấp thụ lên đến hai với độ không đảm bảo không lớn hơn 1 % trong vùng bước sóng từ 254 nm đến 320 nm. Dùng các cuvet thạch anh có chiều dài đường quang 10 mm để đo quang phổ hấp thụ của dung dịch.

6.2 Phương pháp đo điện thế

Sử dụng pin điện hóa, tương tự như mô tả trong Phụ lục A1 (xem Hình A1.1). Đo thế điện cực từ bên này sang bên kia của pin bằng máy đo điện thế kỹ thuật số có độ chính xác cao có thể đo được dòng điện một chiều trong dải từ 1 mV đến 100 mV với độ không đảm bảo đo là 1 %.

CHÚ THÍCH 5 Như trong Hình A1.1 pin điện hóa có hai khoang được tách bằng vách ngăn xốp như thủy tinh, gốm hoặc đất sét trắng, hoặc thạch cao hoặc bông thủy tinh. Khoang trong được đổ đầy dung dịch không chiếu xạ. Khoang dưới được đổ đầy dung dịch truyền từ ống đã chiếu xạ hoặc ống chưa chiếu xạ. Thế điện cực, E , được tạo ra giữa các điện cực platin trong hai khoang, được đo bằng máy đo điện thế kỹ thuật số.

6.3 Dụng cụ thủy tinh

Sử dụng các dụng cụ thủy tinh bo silicat hoặc thủy tinh tương đương bền với hóa chất để bảo quản thuốc thử và dung dịch đo liều đã chuẩn bị. Làm sạch tất cả các dụng cụ thủy tinh, trừ các ống thủy tinh (xem ASTM Practice C 912) dùng dung dịch axit cromic hoặc chất tẩy rửa tương đương khác. Tráng ít nhất 3 lần bằng nước cất hai lần. Làm khô kỹ và bảo quản trong môi trường không có bụi.

6.4 Ống thủy tinh

Làm sạch các ống thủy tinh bằng nước cất hai lần đun sôi, nếu cần. Tráng lại hai lần bằng nước cất hai lần và làm khô trong tủ sấy.

CHÚ THÍCH 6 Ống đo liều thông thường sử dụng có dung tích khoảng 2 ml. Thường sử dụng các ống thủy tinh để bẻ hoặc các ống vạch màu thủy tinh Loại 1 hoặc các vật chứa tương đương khác. Các ống kiểu này có bán sẵn trên thị trường cho thấy kết quả tốt mà không cần phải làm sạch thêm.

7 Thuốc thử

7.1 Cần sử dụng các loại hóa chất thuộc loại tinh khiết phân tích để chuẩn bị các dung dịch đo liều⁵⁾.

7.2 Chất lượng của nước rất quan trọng vì nước là thành phần chủ yếu của dung dịch đo liều và đó có thể là nguồn nhiễm bẩn chính. Chất lượng nước được sử dụng trong liều kế ceric cerous dùng để

⁵⁾ Thuốc thử theo quy định có sẵn từ Hiệp Hội hóa học Mỹ, 1115, đường 16., Tây bắc, Wasington, DC 20036, Mỹ.

đo dài liều dưới là quan trọng hơn so với chất lượng nước dùng trong liều kế cùng loại để đo dài liều hấp thụ trên. Đối với các liều kế có dài đo cao thì có thể sử dụng nước cất hai lần được cất bằng bộ chưng cất thủy tinh cặp đôi silica. Đối với các liều kế có dài liều dưới thì sử dụng nước cất ba lần. Ngoài ra, cũng có thể sử dụng loại nước tinh khiết thương mại chất lượng cao có tổng hàm lượng cacbon có thể oxi hóa (T.O.C) nhỏ hơn 5 ppb. Không nên sử dụng nước đã loại ion.

CHÚ THÍCH 7 Nước cất hai lần được chưng cất từ dung dịch kali pemanganat (KMnO_4) (2 g KMnO_4 và 5 g natri hydroxit (NaOH) dạng hạt trong 2 lít nước cất) là thích hợp để chuẩn bị dung dịch đo liều. Nước có độ tinh khiết cao có bán sẵn trên thị trường. Những loại nước được ghi nhãn là dùng cho HPLC (sắc ký lỏng hiệu năng cao) được dùng trong tiêu chuẩn này là thích hợp vì không có tạp chất hữu cơ.

7.3 Nước được tinh lọc dùng trong tiêu chuẩn này không được bảo quản trong các vật chứa bằng nhựa hoặc vật chứa có nắp hoặc vành nắp bằng nhựa.

8 Chuẩn bị liều kế

8.1 Nồng độ khuyến cáo đối với liều kế ceric cerious để đo liều hấp thụ trong dải từ 5 kGy đến 50 kGy (còn gọi là liều kế dài liều cao) là 15 mmol.dm⁻³ ceric-sulfat [$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] và 15 mmol.dm⁻³ cerous-sulfat [$\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$]. Để đo liều hấp thụ trong dải từ 0,5 kGy đến 10 kGy (gọi là liều kế dài liều thấp), nồng độ khuyến cáo là 3 mmol.dm⁻³ [$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] và 3 mmol.dm⁻³ [$\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$].

8.2 Dung dịch đo liều được qui định trong 8.1 có thể được pha chế từ các dung dịch chuẩn gốc như sau: (a) 0,4 mol.dm⁻³ và 4 mol dm⁻³ axit sulfuric (H_2SO_4), (b) 0,1 mol.dm⁻³ $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, và (c) 0,1 mol dm⁻³ $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. Các qui trình chuẩn bị các dung dịch này được nêu trong Phụ lục A.2.

Cảnh báo – Axit sulfuric đậm đặc là chất ăn mòn và có thể gây bỏng. Các dung dịch ceric-cerous gây dị ứng cho da. Cần thực hiện các biện pháp phòng ngừa thích hợp khi xử lý các hóa chất này.

8.3 Sử dụng các công thức sau để xác định thể tích, tính bằng mililit, của từng dung dịch gốc cần để chuẩn bị 1 lít dung dịch đo liều:

Dài liều cao	Dài liều thấp	
$\frac{V_1}{1000} = \frac{0,015}{c_1}$	$\frac{V_1}{1000} = \frac{0,003}{c_1}$	(4)
$\frac{V_2}{1000} = \frac{0,015}{c_2}$	$\frac{V_2}{1000} = \frac{0,003}{c_2}$	(5)
$\frac{V_3}{1000 - V_1} = \frac{0,4}{c_3}$	$\frac{V_3}{1000 - V_1} = \frac{0,4}{c_3}$	(6)
$V_4 = 1000 - V_1 - V_2 - V_3$	$V_4 = 1000 - V_1 - V_2 - V_3$	(7)

Trong đó:

V_1 là thể tích của dung dịch chuẩn gốc ceric-sulfat $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$,

V_2 là thể tích của dung dịch chuẩn gốc cerous-sulfat $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$,

V_3 là thể tích của dung dịch chuẩn gốc axit sulfuric 4 mol dm^{-3} ,

V_4 là thể tích nước cất,

c_1 là nồng độ thực của dung dịch gốc ceric-sulfat,

c_2 là nồng độ thực của dung dịch gốc cerous-sulfat, và

c_3 là nồng độ thực của dung dịch chuẩn gốc axit sulfuric 4 mol dm^{-3} .

CHÚ THÍCH 8 Nếu nồng độ chuẩn của $c_1 = c_2 = 0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$, và $c_3 = 4 \text{ mol.dm}^{-3}$ thì $V_1 = V_2 = 150 \text{ ml}$ đối với dải liều cao và $V_1 = V_2 = 30 \text{ ml}$ đối với dải liều thấp; $V_3 = 85 \text{ ml}$ đối với dải liều cao và $V_3 = 97 \text{ ml}$ đối với dải liều thấp. Nếu nồng độ của các dung dịch gốc khác nhau đáng kể so với các giá trị chuẩn thì sử dụng công thức 4 đến công thức 6 để xác định các thể tích chính xác. Để chuẩn bị dung dịch hệ đo liều với thể tích lớn hơn 1000 ml thì kết quả thu được từ các công thức này sẽ phải nhân với tỷ lệ thể tích cần thiết với 1000 ml , tính bằng mililit.

8.4 Xác định tất cả các thể tích đưa ra trong 8.3 sử dụng ống đong chia độ đã hiệu chuẩn mà có thể đọc được đến $\pm 0,5 \text{ ml}$.

8.5 Chuyển từng phần thể tích của dung dịch đo liều sang bình thủy tinh 1 lít hoặc lớn hơn. Dùng một phần nước cất từ V_4 để tráng ống chia độ đã dùng để đong các thể tích V_1 , V_2 , và V_3 . Đậy nắp vật chứa và lắc kỹ. Trước khi sử dụng, để yên dung dịch đo liều ít nhất năm ngày ở nơi tối.

8.6 Việc thử nghiệm kiểm soát chất lượng dung dịch đo liều trước khi đổ vào ống được thực hiện bằng cách so sánh phép đo các thông số của dung dịch đo liều, như nồng độ ion ceric, nồng độ ion cerous, hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử ion ceric, hiệu suất hóa học bức xạ đối với ion cerous và tỷ trọng với các giá trị chấp nhận được. Quy trình thực hiện các phép đo này được nêu trong Phụ lục A3. Phép thử kiểm soát chất lượng trong ống được tiến hành bằng cách so sánh số liệu hiệu chuẩn đối với mẻ liều kế mới với dữ liệu thu được từ các mẻ trước đó (xem 10.5.3).

8.7 Chuẩn bị các liều kế bằng cách đổ đầy các ống khoảng 2 ml dung dịch đo liều. Chú ý để không làm nhiễm bẩn dung dịch đo liều. Thực hành cẩn thận khi đổ dung dịch vào ống, không để dính dung dịch lên miệng ống. Vì khi hàn nhiệt sẽ gây ra những biến đổi hoá học không mong muốn trên miệng ống, do đó cần chú ý khi hàn kín ống bằng ngọn lửa tránh làm nóng thân ống.

8.8 Bảo quản các liều kế nơi tối, ở nhiệt độ phòng ($23^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$).

9 Xác nhận hiệu năng của dụng cụ phân tích

9.1 Xác nhận hiệu năng của máy đo quang phổ

9.1.1 Kiểm tra thang đo bước sóng của máy đo quang phổ. Các chuẩn bước sóng thích hợp là các bộ lọc holmi oxit và các dung dịch. Chi tiết hơn, xem ASTM Practice E 275, E 925, và E 958.

CHÚ THÍCH 9 Ví dụ, các dung dịch holmi oxit đựng trong các cuvet hàn kín thường có sẵn với chuẩn bước sóng đã được chứng nhận (SRM 2034) được sử dụng trong vùng bước sóng từ 240 nm đến 650 nm (10).

9.1.2 Kiểm tra độ chính xác của thang đo quang học (độ hấp thụ) của máy đo quang phổ. Các bộ lọc chuẩn hoặc dung dịch chuẩn đã được chứng nhận có sẵn cho mục đích này.

CHÚ THÍCH 10 Các ví dụ về các chuẩn độ hấp thụ là các dung dịch có nồng độ khác nhau, như SRM 931d (11) và SRM 935 (12) và các bộ lọc kim loại-thạch anh, như SRM 2031 (13, 14).

9.1.3 Kiểm tra độ tuyến tính của thang đo độ hấp thụ của máy đo quang phổ như một hàm số nồng độ ion ceric. Thực hiện phép kiểm tra này ở pic của phổ hấp thụ ion ceric tại bước sóng 320 nm ở nhiệt độ không đổi tốt nhất là 25 °C. Có thể sử dụng dung dịch gốc ceric-sulfat (chuẩn 0,1 mol dm⁻³ trong 0,4 mol dm⁻³ H₂SO₄) đã được chuẩn hóa như trong A2.3 để đo. Đồ thị của độ hấp thụ đo được, A, trên đơn vị chiều dài đường quang, với nồng độ phải tuyến tính. Độ dốc của đường thẳng đưa ra, ϵ_m , là hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử.

CHÚ THÍCH 11 Giá trị ϵ_m chuẩn là 561 m².mol⁻¹ ± 0,4 % ở bước sóng 320 nm (3).

9.2 Xác nhận hiệu năng của máy đo điện thế và pin điện hóa

9.2.1 Đối với phương pháp đo điện thế, hiệu năng chính xác có thể được chứng minh khi cho thấy rằng số đọc của liều kế chỉ rõ các liều hấp thụ đã biết phù hợp với số đọc dự kiến trong giới hạn độ không đảm bảo đo của hệ đo liều (xem Điều 13).

CHÚ THÍCH 12 Phương pháp này chỉ có thể áp dụng cho các hệ đo liều chuẩn chính, khi sự ổn định lâu dài của độ nhạy đã được chứng minh và lưu tài liệu.

10 Hiệu chuẩn hệ đo liều

10.1 Trước khi sử dụng, hệ đo liều cần phải được hiệu chuẩn theo đúng các thủ tục đã lập thành văn bản của người sử dụng, trong đó quy định chi tiết quá trình hiệu chuẩn và yêu cầu đảm bảo chất lượng. Các phương pháp hiệu chuẩn được đưa ra trong ISO/ASTM Guide 51261.

10.2 Chiếu xạ hiệu chuẩn liều kế

Chiếu xạ là một khâu quan trọng của quá trình hiệu chuẩn hệ đo liều. Chiếu xạ hiệu chuẩn phải được thực hiện tại một phòng thử nghiệm quốc gia hoặc phòng thử nghiệm hiệu chuẩn được công nhận, đáp ứng các yêu cầu của ISO/ASTM Practice 51400.

10.2.1 Liều qui định ở đây là liều hấp thụ trong nước.

10.2.2 Khi liều kế ceric-cerous được sử dụng như một liều kế đo thường xuyên thì chiếu xạ hiệu chuẩn có thể được thực hiện bằng cách chiếu xạ các liều kế ở (a) tại phòng thử nghiệm quốc gia hoặc phòng thử nghiệm được công nhận theo các tiêu chí được qui định trong ISO/ASTM 51400, (b) tại một thiết bị chiếu xạ hiệu chuẩn nội bộ cung cấp liều hấp thụ (hoặc suất liều hấp thụ) có liên kết chuẩn đo lường quốc gia hoặc quốc tế được công nhận hoặc (c) tại các thiết bị chiếu xạ công nghiệp trong các điều kiện chiếu xạ thực cùng với liều kế chuẩn chính hoặc liều kế truyền chuẩn có liên kết chuẩn đo lường quốc gia hoặc quốc tế được công nhận.

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

Đối với việc hiệu chuẩn các dụng cụ đo (máy đo quang phổ hoặc máy đo đa năng) và để xác nhận hiệu năng của dụng cụ đo giữa các lần hiệu chuẩn, xem ISO/ASTM Guide 51261 và/hoặc các sổ tay hướng dẫn sử dụng thiết bị cụ thể.

10.4 Phép đo quang phổ

10.4.1 Đối với phép đo quang phổ, tách riêng ít nhất năm liều kế trong số liều kế giữ lại của mẻ và không thực hiện chiếu xạ chúng. Sử dụng chúng để đo độ hấp thụ $\bar{A}_0$.

10.4.2 Đối với phép đo quang phổ cho cả liều kế chưa chiếu xạ và liều kế đã được chiếu xạ thì phải pha loãng các dung dịch đo dài liều cao bằng cách nhân với hệ số 100 và các dung dịch đo dài liều thấp thì nhân với hệ số 50.

10.4.2.1 Dùng pipet lấy 0,25 ml dung dịch đo dài liều cao hoặc 0,5 ml dung dịch đo dài liều thấp cho vào bình định mức 25 ml khô, sạch.

10.4.2.2 Tráng pipet bằng H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} cho vào bình và thêm H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} đến vạch.

10.4.2.3 Đậy bình định mức 25 ml và trộn kỹ.

10.4.3 Chuyển một lượng thích hợp từ bình định mức 25 ml vào cuvet thạch anh (cuvet mẫu).

10.4.4 Đọc độ hấp thụ, A, trong máy đo quang phổ ở bước sóng 320 nm.

10.4.5 Tính độ hấp thụ trung bình của các liều kế không chiếu xạ, $\bar{A}_0$. Tính số gia độ hấp thụ ΔA , đối với mỗi liều kế được chiếu xạ:

$$\Delta A = \bar{A}_0 - A \quad (8)$$

10.5 Phép đo điện thế

10.5.1 Đặt liều kế chưa chiếu xạ (ống) vào hai khoang của pin điện hóa. Xem Phụ lục A1 mô tả về pin điện hóa⁶⁾.

10.5.2 Giữ dung dịch lại trong pin điện hóa khoảng 30 min để tạo sự cân bằng qua vách ngăn xốp. Đối với mỗi mẻ liều kế mới, hoặc nếu pin đã được dùng nhiều ngày thì nên để dung dịch lại trong hai khoang chứa ít nhất 16 h để đảm bảo sự cân bằng qua vách ngăn xốp.

10.5.3 Khi sử dụng pin lần đầu, thì đổ đầy pin bằng dung dịch và để yên trong ít nhất 24 h trước khi tiến hành bất kỳ phép đo nào.

10.5.4 Nếu pin không được sử dụng quá ba ngày thì đổ tất cả dung dịch ra khỏi cột. Tráng cả trong và ngoài hai khoang ba lần bằng nước cất và để pin khô. Tham khảo 10.5.1 và 10.5.2 trước khi dùng lại cột.

10.5.5 Tháo dung dịch của khoang trong và đổ đầy lại bằng một lượng từ liều kế khác chưa chiếu xạ.

10.5.6 Nối sóng điện thế vào pin. Nếu thế điện cực, E , bằng "0" (trong khoảng $\pm 0,2$ mV) thì cột đã sẵn sàng để sử dụng. Đọc ít nhất ba lần liều kế không chiếu xạ và xác định giá trị trung bình, $\bar{E}_0$.

10.5.7 Tháo dung dịch không chiếu xạ khỏi khoang ngoài và rút dung dịch lần lượt ra từng mỗi liều kế chưa chiếu xạ (ống), bắt đầu với liều hấp thụ thấp nhất và tiếp tục đến liều hấp thụ cao nhất. Trong mỗi trường hợp, trước khi đo thế điện cực cho bất kỳ liều kế nào thì cũng phải tráng pin bằng cách tháo ra ít hơn một nửa dung dịch của liều kế để giảm các ảnh hưởng của liều kế trước đó. Rút dung dịch tráng rửa vào vật chứa chất thải và sau đó rút hết dung dịch ra khỏi ống liều kế phủ kín hoàn toàn vách ngăn xốp.

CHÚ THÍCH 13 Việc tráng rửa pin không kỹ giữa các dung dịch đo liều có thể sẽ dẫn đến sai số. Nếu đã biết liều hấp thụ gần đúng, thì đọc các liều kế có các liều hấp thụ tương tự để giảm thiểu sai số do ảnh hưởng này.

10.5.8 Đọc thế điện cực, E , tính bằng milivol, dọc theo pin đối với mỗi liều kế sau khi nhiệt độ cân bằng được thiết lập trong pin. Trừ đi thế điện cực trung bình, $\bar{E}_0$, để xác định ΔE , giá trị thế điện cực tĩnh, lấy số đọc nhiệt độ gần pin điện hóa và tiến hành hiệu chỉnh nhiệt độ này.

CHÚ THÍCH 14 Thế điện cực, E , trong pin điện hóa, có hệ số nhiệt độ dương là 0,33 % trên $^{\circ}\text{C}$ trong khoảng nhiệt độ từ 25 $^{\circ}\text{C}$ đến 30 $^{\circ}\text{C}$ (8).

⁶⁾ Pin điện hóa có thể được cung cấp từ MDS Nordion, 447 March, Ottawa, Ontario, Canada K2K 1 X8.

10.6 Phân tích

10.6.1 Thu được hàm đặc trưng độ nhạy ΔA hoặc ΔE là hàm của độ hấp thụ, D . Điều chỉnh dữ liệu bằng phương pháp bình phương nhỏ nhất với dạng phân tích thích hợp để phù hợp với dữ liệu. Các dữ liệu về liều kế ceric-cerous này cần điều chỉnh phù hợp với dạng hàm đa thức bậc ba hoặc bậc bốn:

$$v = b_0 + b_1D + b_2D^2 + b_3D^3 + b_4D^4 \quad (9)$$

Trong đó:

$$v = \Delta A \text{ hoặc } \Delta E,$$

$b_4 = 0$ đối với hàm đa thức bậc ba, $b_4 \neq 0$ đối với hàm đa thức bậc bốn.

CHÚ THÍCH 15 Các phần mềm máy tính để thực hiện phương pháp vẽ đồ thị theo phương pháp bình phương nhỏ nhất với dạng đa thức hoặc bằng các dạng giải tích khác đã có bán sẵn trên thị trường. Thông tin chi tiết hơn về các phương pháp toán học để xử lý dữ liệu hiệu chuẩn xem ISO/ASTM Guide 51707.

10.6.2 Số nghịch đảo của hàm đặc trưng độ nhạy được xác định trong 10.6.1 sẽ đưa ra liều hiệu chuẩn-nhiệt độ đối với việc chiếu xạ ở nhiệt độ, T_c , được dùng trong chiếu xạ hiệu chuẩn.

10.6.3 Sự phụ thuộc nhiệt độ chiếu xạ của hiệu suất hóa học bức xạ $G(\text{Ce}^{3+})$ thay đổi theo nồng độ ion cerous ban đầu (3). Sự biến thiên của $G(\text{Ce}^{3+})$ theo nhiệt độ $T(^{\circ}\text{C})$, đối với dung dịch dải liều cao và dung dịch dải liều thấp được đưa ra theo công thức sau:

Trong đó:

$$G(\text{Ce}^{3+})_T = (2,33544 - 0,0052 \times T) \times 1,036 \times 10^{-7} \quad (\text{dải liều cao}) \quad (10)$$

$$G(\text{Ce}^{3+})_T = (2,42452 - 0,0052 \times T) \times 1,036 \times 10^{-7} \quad (\text{dải liều thấp}) \quad (11)$$

10.6.4 Liều hấp thụ là phần nghịch đảo với $G(\text{Ce}^{3+})$ trên dải liều hấp thụ của dung dịch. Để chiếu xạ ở nhiệt độ chiếu xạ hiệu quả, T_{eff} , thì hiệu chỉnh liều hấp thụ theo tỷ lệ $G(\text{Ce}^{3+})_T / G(\text{Ce}^{3+})_{T_{\text{eff}}}$.

10.6.5 Để kiểm soát chất lượng, so sánh số gia độ hấp thụ hoặc số gia thế điện cực xác định được đối với hiệu chuẩn đã cho với các kết quả thu được từ các mẻ trước đó. Sự phù hợp sẽ nằm trong khoảng 3 % nếu dung dịch đo liều được chuẩn bị đúng cách và tất cả các dụng cụ phân tích có liên quan đều được hiệu chuẩn đúng.

10.6.6 Thành phần của độ không đảm bảo đo có thể được đánh giá theo các phương pháp thống kê (Loại A) của các kết quả của từng liều kế từ các kết quả đo lặp lại ở mức liều hấp thụ đã cho. Độ không đảm bảo đo Loại A cho phép đánh giá được hiệu năng của hệ đo liều. Đối với liều kế dải liều cao thì độ không đảm bảo đo Loại A được biểu thị bằng một độ lệch chuẩn, không được vượt quá 0,005 đơn vị

hấp thụ với chiều dài đường quang 10 mm hoặc 2 % giá trị thế điện cực. Đối với liều kế dài liều thấp, độ không đảm bảo đo Loại A không được vượt quá 0,010 đơn vị hấp thụ hoặc 2 % giá trị thế điện cực. Các số liệu bị nghi là sai lệch cần phải được kiểm tra lại bằng cách sử dụng các quy trình thống kê nêu trong ASTM Practice E 178.

10.7 Phương pháp thay thế để xác định liều hấp thụ

Nếu tiến hành qui trình định lượng các thông số của dung dịch đo liều nêu trong Phụ lục A3, thì có thể thu được các giá trị gần đúng về liều hấp thụ từ các hàm số phân tích.

10.7.1 Đối với các số đọc của máy đo quang phổ, thì tính giá trị gần đúng của liều hấp thụ, D_s , tính bằng gray, theo công thức sau:

$$D_s = \frac{f \times \Delta A}{G(\text{Ce}^{3+}) \times \epsilon_m \times \rho \times d} \quad (12)$$

Trong đó:

f là hệ số pha loãng đối với các liều kế chiếu xạ,

ΔA là sự thay đổi độ hấp thụ của liều kế chiếu xạ,

$G(\text{Ce}^{3+})$ là giá trị trung bình $G(\text{Ce}^{3+})$ xác định được từ công thức A3.9,

ϵ_m là hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử, tính bằng ($\text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$),

ρ là tỷ trọng của dung dịch đo liều, tính bằng $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ và,

d là chiều dài đường quang của cuvet quang phổ, tính bằng m,

10.7.2 Đối với số đọc điện cực, tính giá trị gần đúng của độ hấp thụ, D_p , tính bằng gray, theo công thức sau:

$$D_p = \frac{10^3}{\rho G(\text{Ce}^{3+})} \left[c_4 - \left(\frac{c_4 + c_5}{1 + \frac{c_5}{c_4} \text{antilog} \frac{\Delta E}{59,16}} \right) \right] \quad (13)$$

Trong đó:

ρ là tỷ trọng của dung dịch đo liều, tính bằng $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$,

$G(\text{Ce}^{3+})$ là giá trị trung bình $G(\text{Ce}^{3+})$ xác định được từ công thức A3.11,

ΔE là thế điện cực trừ đi thế điện cực trung bình đối với các liều kế chưa chiếu xạ, và

c_4 và c_5 là nồng độ của ion ceric và ion cerous trong các dung dịch đo liều chưa chiếu xạ tương ứng, tính bằng mol.dm^{-3} .

10.7.3 Xác định mối tương quan đối với các liều hấp thụ tính được như một hàm số của các giá trị liều hấp thụ được sử dụng trong chiếu xạ hiệu chuẩn. Mỗi hàm số này có thể dùng để xác định liều hấp thụ.

CHÚ THÍCH 16 Các giá trị liều hấp thụ tính được phải gần bằng các giá trị liều hấp thụ sử dụng để chiếu xạ hiệu chuẩn, phù hợp với đa thức bậc thấp (bậc nhất đến bậc ba). Nếu các giá trị liều hấp thụ tính được khác nhiều so với độ không đảm bảo đo mở rộng có hệ số phủ $k = 2$ từ các giá trị liều hấp thụ đã sử dụng để chiếu xạ hiệu chuẩn, chứng tỏ là có khả năng nhiễm bẩn dung dịch hoặc có một số vấn đề khác cần phải xử lý.

11 Ứng dụng hệ đo liều

11.1 Đối với việc dùng liều kế truyền chuẩn, sử dụng tối thiểu hai liều kế cho mỗi phép đo liều hấp thụ. Số lượng liều kế yêu cầu cho mỗi phép đo liều hấp thụ trên hoặc trong vật liệu được xác định bởi độ không đảm bảo đo dự kiến của hệ đo liều và độ không đảm bảo đo yêu cầu, liên quan đến việc ứng dụng. Phụ lục X3 của ASTM Practice E 668 có mô tả phương pháp thống kê để xác định số lượng liều kế này.

11.2 Sử dụng qui trình chiếu xạ và qui trình đo phù hợp với Điều 10.

11.3 Xác định liều hấp thụ từ các giá trị số gia độ hấp thụ hoặc số gia thế điện cực và đường chuẩn.

11.4 Lưu hồ sơ các giá trị liều hấp thụ tính được và các số liệu liên quan khác như đã nêu trong Điều 12.

12 Yêu cầu tối thiểu về hồ sơ

12.1 Hiệu chuẩn hệ đo liều

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

12.1.2 Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn thời gian và nhiệt độ chiếu xạ, thăng giáng nhiệt độ (nếu có), dài liều hấp thụ, nguồn bức xạ và các dụng cụ liên quan dùng để đo độ nhạy của liều kế.

12.2 Ứng dụng

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

12.2.2 Lưu hồ sơ hoặc viện dẫn kiểu nguồn bức xạ và các đặc trưng.

12.2.3 Lưu hồ sơ độ hấp thụ hoặc thể điện cực, giá trị số gia độ hấp thụ hoặc số gia thể điện cực, việc hiệu chỉnh nhiệt độ (nếu có) và liều hấp thụ đối với mỗi liều kế. Viện dẫn đường chuẩn hoặc hàm đặc trưng độ nhạy sử dụng để thu được giá trị liều hấp thụ.

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

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

13 Độ không đảm bảo đo

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

13.2 Các thành phần độ không đảm bảo đo sẽ được phân thành một trong hai loại sau đây:

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

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

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

13.4 Nếu thực hiện đánh giá độ không đảm bảo đo theo tiêu chuẩn này, việc đánh giá độ không đảm bảo đo mở rộng của liều hấp thụ được xác định bởi hệ đo liều này phải nhỏ hơn 4 % với hệ số phủ $k = 2$ (tương ứng với độ tin cậy khoảng 95 % đối với dữ liệu phân bố chuẩn).

CHÚ THÍCH 17 Nhận biết độ không đảm bảo đo loại A và loại B dựa trên phương pháp đánh giá độ không đảm bảo xuất bản năm 1995 bởi Tổ chức Tiêu chuẩn hoá quốc tế (ISO) trong tài liệu hướng dẫn về biểu thị độ không đảm bảo trong phép đo (15). Mục đích dùng loại đặc trưng này là để tăng cường sự hiểu biết về độ không đảm bảo được xây dựng như thế nào và cung cấp cơ sở để so sánh quốc tế về kết quả đo.

CHÚ THÍCH 18 ISO/ASTM Guide 51707 xác định các nguyên nhân độ không đảm bảo đo trong hệ đo liều thực hiện trong thiết bị xử lý chiếu xạ và đưa ra quy trình đánh giá độ không đảm bảo đo trong phép đo liều hấp thụ sử dụng hệ đo liều. Tài liệu này đưa ra và thảo luận các khái niệm cơ bản về phép đo, bao gồm đánh giá giá trị định lượng, giá trị "đúng", sai lệch và độ không đảm bảo đo. Thành phần của độ không đảm bảo đo được xem xét và phương pháp đánh giá chúng. Tài liệu này cũng đưa ra các phương pháp tính độ không đảm bảo đo chuẩn kết hợp và độ không đảm bảo đo mở rộng (tổng thể).

Phụ lục A

(Tham khảo)

A.1 Pin điện hóa

A.1.1 Pin điện hóa mô tả trong Hình A1.1 có hai khoang, khoang trong A và khoang ngoài B, được tách nhau bằng vách ngăn xốp C, ví dụ như thủy tinh, khớp nối bằng gốm hoặc thạch cao hoặc bông thủy tinh.

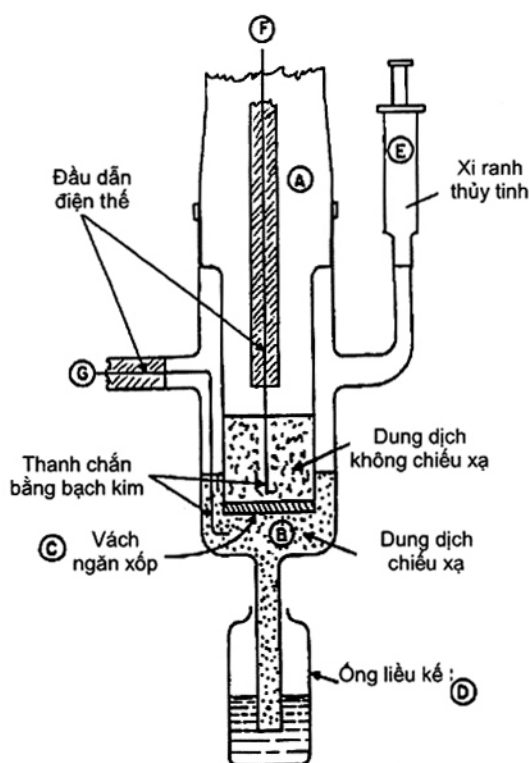
A.1.2 Khoang A chứa dung dịch đo liều không chiếu xạ

A.1.3 Khoang B cũng chứa dung dịch đo liều không chiếu xạ hoặc dung dịch đo liều đã chiếu xạ.

A.1.4 Vách ngăn xốp, C, tiếp xúc giữa hai dung dịch và có lỗ xốp nhỏ hơn 2 μm .

A.1.5 Đầu nhỏ của khoang B được lồng vào cổ của liều kế, D. Xiranh thủy tinh, E, được dùng để hút lần lượt dung dịch trong khoang B và sau đó xả dung dịch sau khi đo.

A.1.6 Đầu dẫn F và G dùng để đo chênh lệch điện thế qua pin điện hóa khi chúng được nối với một máy đo điện thế hoặc máy đo đa năng.

**Hình A1.1 Pin điện hóa**

A.2 Qui trình chuẩn bị các dung dịch chuẩn gốc cho liều kế

A2.1 Axit sulfuric (H_2SO_4) chuẩn, nồng độ $0,4 \text{ mol dm}^{-3}$:

A2.1.1 Chuyển 22,2 ml H_2SO_4 nồng độ 18 mol dm^{-3} vào bình định mức 1 lít khô, sạch có chứa khoảng 700 ml nước cất hai lần.

A2.1.2 Làm nguội cẩn thận và thêm nước cất hai lần đến vạch, đậy nắp và trộn kỹ.

A2.1.3 Nếu cần, dung dịch thu được có thể được chuẩn hóa bằng cách dùng chuẩn đầu natri cacbonat hoặc chuẩn tương đương.

CHÚ THÍCH A2.1 Thêm cẩn thận H_2SO_4 vào nước vì sẽ giải phóng một lượng nhiệt đáng kể.

A2.2 Axit sulfuric (H_2SO_4) chuẩn nồng độ 4 mol dm^{-3}

A2.2.1 Chuyển 222 ml H_2SO_4 nồng độ 18 mol dm^{-3} vào bình định mức 1 lít khô, sạch có chứa khoảng 700 ml nước cất hai lần.

A2.2.2 Làm nguội cẩn thận lượng chứa trong bình và thêm nước cất hai lần đến vạch, đậy nắp và trộn kỹ.

A2.2.3 Chuẩn hóa dung dịch thu được tương tự như chuẩn hóa đối với H_2SO_4 nồng độ $0,4 \text{ mol dm}^{-3}$.

A2.3 Ceric-sulfat chuẩn nồng độ $0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$:

A2.3.1 Hòa tan 58 g sulfat ceric, $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, trong 600 ml H_2SO_4 nồng độ $0,4 \text{ mol.dm}^{-3}$ đựng trong bình định mức 1 lít.

A2.3.2 Lắc kỹ lượng chứa trong bình cho đến khi hòa tan hết $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Để yên dung dịch ít nhất hai tuần, ở nơi tối.

A2.3.3 Thêm một lượng dung dịch H_2SO_4 $0,4 \text{ mol dm}^{-3}$ đủ đến 1 lít. Lọc qua bộ lọc thủy tinh xốp (độ xốp trung bình), nếu cần.

A2.3.4 Chuyển dung dịch vào chai thủy tinh có nắp thủy tinh mài và bảo quản ở nơi tối.

A2.4 Cerous-sulfat chuẩn nồng độ $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$:

A2.4.1 Hòa tan 36 g cerous-sulfat $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ trong 600 ml nước cất hai lần, đựng trong bình định mức 1 lít.

CHÚ THÍCH A2.2 Trước khi sử dụng có thể phải làm kết tinh lại cerous-sulfat (6).

A2.4.2 Lắc lượng chứa trong bình cho đến khi hòa tan hết $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. Để yên dung dịch ít nhất hai tuần, ở nơi tối.

A2.4.3 Thêm đủ nước cất hai lần đến 1 lít. Lọc qua bộ lọc thủy tinh xốp (độ xốp trung bình), nếu cần.

A2.4.4 Chuyển dung dịch vào chai thủy tinh có nắp thủy tinh mài, trộn kỹ và bảo quản ở nơi tối.

A2.5 Nồng độ của dung dịch gốc cerous-sulfat:

A2.5.1 Dùng pipet lấy 1 ml dung dịch cerous-sulfat gốc cho vào bình định mức 100 ml, sau đó tráng pipet bằng nước cất hai lần. Thêm nước cất hai lần đến vạch, đầy nắp và trộn kỹ.

A2.5.2 Đọc độ hấp thụ, A , ở bước sóng 254 nm trong máy đo quang phổ có nước cất hai lần đựng trong cuvet đối chứng. Nồng độ, c_2 , của dung dịch cerous-sulfat gốc, tính bằng mol dm^{-3} , tính theo công thức sau:

$$c_2 = (0,146)A \quad (\text{A2.1})$$

A3. Quy trình định lượng các thông số của dung dịch đo liều

A3.1 Nồng độ ceric-sulfat:

A3.1.1 Dùng pipet lấy 0,25 ml dung dịch đo liều cao hoặc 0,50 ml dung dịch đo liều dài liều thấp cho vào bình định mức 25 ml khô, sạch.

A3.1.2 Tráng pipet bằng H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} cho vào bình và thêm H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} đến vạch.

A3.1.3 Đậy bình 25 ml và trộn kỹ.

A3.1.4 Từ bình định mức 25 ml chuyển một lượng thích hợp vào cuvet quang phổ thạch anh (cuvet mẫu).

A3.1.5 Đọc độ hấp thụ, A , trong máy đo quang phổ ở bước sóng 320 nm dùng H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} trong pin đối chứng.

A3.1.6 Xác định nồng độ ceric, c_4 , dùng công thức sau:

$$c_4 = (0,01782)A \quad (\text{dài liều cao}) \quad (\text{A3.1})$$

$$c_4 = (0,003564)A \quad (\text{dài liều thấp}) \quad (\text{A3.2})$$

Trong đó:

c_4 là nồng độ ceric-sulfat của dung dịch đo liều, tính bằng mol dm^{-3} , và

A là độ hấp thụ.

A.3.2 Nồng độ ion cerous

A3.2.1 Chiếu xạ ít nhất ba liều kế với liều hấp thụ thích hợp để khử tất cả các ion ceric thành ion cerous (ví dụ, 80 kGy đối với liều kế dài liều cao hoặc 20 kGy đối với liều kế dài liều thấp).

A3.2.2 Dùng pipet lấy 0,25 ml dung dịch đo dài liều cao đã chiếu xạ hoặc 0,50 ml dung dịch đo dài liều thấp từ mỗi ống vào các bình thể tích 25 ml khô, sạch, riêng rẽ.

A3.2.3 Tráng pipet bằng H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} cho vào bình và thêm H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} đến vạch. Đậy bình và trộn kỹ.

A3.2.4 Chuyển một lượng thích hợp vào cuvet thạch anh của máy đo quang phổ.

A3.2.5 Đọc độ hấp thụ, A , trong máy đo quang phổ ở bước sóng 254 nm dùng H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} trong cột đối chứng.

A3.2.6 Xác định độ hấp thụ trung bình, $\bar{A}$.

A3.2.7 Nồng độ ion cerous tổng thể tạo thành, c_6 , được tính theo công thức sau:

$$c_6 = 0,146 \bar{A} \quad (\text{dài liều cao}) \quad (\text{A3.3})$$

$$c_6 = 0,0292 \bar{A} \quad (\text{dài liều thấp}) \quad (\text{A3.4})$$

Trong đó:

c_6 là nồng độ cerous-sulfat tổng số của dung dịch đo liều, tính bằng mol dm^{-3} .

CHÚ THÍCH A3.1 Nồng độ cerous-sulfat tổng được xác định cho mỗi mẫu sẽ lớn hơn tổng của ion ceric và ion cerous trong dung dịch của liều kế. Sai số này là do sự có mặt của ion cerous trong thuốc thử ceric-sulfat. Nồng độ ion cerous, c_5 , được xác định bằng cách lấy nồng độ ion cerous tổng số trừ đi nồng độ ion ceric.

A3.3 Hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử ion ceric

A3.3.1 Dùng pipet lấy 2 ml dung dịch đo dài liều cao cho vào bình định mức 25 ml thêm H_2SO_4 0,4 mol. dm^{-3} đến vạch.

A3.3.2 Tương tự, dùng pipet lấy 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml và 6 ml dung dịch thu được trong A3.3.1, lần lượt cho vào bình 100 ml riêng rẽ, thêm H_2SO_4 0,4 mol. dm^{-3} đến vạch.

A3.3.3 Đối với dung dịch đo dài liều thấp, dùng pipet lấy 1 ml, 2 ml, 3 ml và 4 ml dung dịch đo liều (không pha loãng trước) cho vào các bình 100 ml riêng rẽ, thêm H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} đến vạch.

A3.3.4 Đậy nắp mỗi bình và trộn kỹ.

A3.3.5 Đọc độ hấp thụ, A , của từng mẫu ở bước sóng 320 nm trong máy đo quang phổ có cuvet đối chứng chứa H_2SO_4 0,4 mol. dm^{-3} .

A3.3.6 Dùng nồng độ thu được trong A3.1.6, hệ số pha loãng liên quan đến mẫu được chuẩn bị trong A3.3.2 và độ hấp thụ xác định được trong A3.3.5, để xác định hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử, ϵ_m , theo đường dốc của đồ thị độ hấp thụ với nồng độ, được biểu thị theo công thức sau:

$$A_i = 10^3 \epsilon_m c_i d \quad (\text{A3.5})$$

Trong đó:

A_i là độ hấp thụ của mẫu i ,

c_i là nồng độ của mẫu i , tính bằng mol dm^{-3} ,

d là chiều dài đường quang của cột mẫu trong máy đo quang phổ, tính bằng mét (m), và

i là 1,2,...,5 (tương ứng mẫu đã chuẩn bị trong A3.3.2).

CHÚ THÍCH A3.2 Giá trị ϵ_m phải bằng $561 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1} \pm 0,4 \%$ hoặc $5610 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \text{ cm}^{-1} \pm 0,4 \%$ ở bước sóng 320 nm (3).

A3.4 Tỷ trọng của dung dịch đo liều

Xác định tỷ trọng của dung dịch đo liều ở 25 °C.

CHÚ THÍCH A3.3 Tỷ trọng bằng $1,032 (\pm 0,002) \times 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ ở 25 °C (8).

A3.5 Hiệu suất hóa học bởi bức xạ của ion cerous, $G(\text{Ce}^{+3})$ bằng phương pháp đo quang phổ

A3.5.1 Chuẩn bị đủ số liều kế (ít nhất 18) bằng cách đổ đầy dung dịch đo liều vào các ống 2 ml. Sau khi đầy, hàn nhiệt các ống.

A3.5.2 Chiếu xạ các liều kế, mỗi lần ba liều kế ở vị trí hiệu chuẩn trong thiết bị cobalt-60 với ít nhất là năm mức liều, ví dụ: khoảng 5 kGy, 15 kGy, 25 kGy, 35 kGy và 50 kGy đối với dung dịch dải liều cao và 0,5 kGy, 1 kGy, 4 kGy, 7 kGy và 10 kGy đối với dung dịch dải liều thấp. Kiểm soát hoặc kiểm tra nhiệt độ của liều kế trong suốt quá trình chiếu xạ.

A3.5.3 Chuẩn bị các mẫu pha loãng (theo hệ số 100 hoặc 50) của các liều kế, bao gồm các bộ ba liều kế chưa chiếu xạ. Dùng pipet lấy 0,25 ml hoặc 0,50 ml từ mỗi liều kế cho vào các bình định mức 25 ml và thêm H_2SO_4 0,4 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ đến vạch.

A3.5.4 Dùng H_2SO_4 0,4 mol dm^{-3} trong pin chuẩn, đọc độ hấp thụ, A , của các mẫu đã pha loãng được chuẩn bị theo A3.5.3 ở bước sóng 320 nm trong máy đo quang phổ.

A3.5.5 Xác định số gia độ hấp thụ, ΔA , của từng mẫu đã chiếu xạ như sau:

$$\Delta A_{ij} = \bar{A}_0 - A_{ij} \quad (\text{A3.6})$$

Trong đó:

$\bar{A}_0$ là độ hấp thụ trung bình của các mẫu đã pha loãng của các liều kế chưa chiếu xạ,

i là 1,2 và 3 (số lượng của liều kế được nhận biết tại mỗi mức liều hấp thụ), và

j là 1,2,...,n (số lượng mức liều hấp thụ nhận biết).

A3.5.6 Tính $G(\text{Ce}^{3+})_j$ trung bình đối với từng mức liều hấp thụ theo công thức sau:

$$G(\text{Ce}^{3+})_j = \frac{f\Delta A_j}{\varepsilon_m \rho d D_j} \quad (\text{A3.7})$$

Trong đó:

f là hệ số pha loãng của các liều kế đã chiếu xạ

ΔA là giá trị thay đổi trung bình về liều hấp thụ của các liều kế được chiếu xạ ở mức liều hấp thụ j ,

$G(\text{Ce}^{3+})_j$ là giá trị $G(\text{Ce}^{3+})$ trung bình đối với mức liều hấp thụ j ,

ε_m là hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử ($\text{m}^2 \text{mol}^{-1}$),

ρ là tỷ trọng của dung dịch đo liều, tính bằng kg m^{-3} ,

d là chiều dài đường quang của cột máy đo quang phổ, tính bằng m, và

D_j là liều hấp thụ từ dung dịch đo liều, tính bằng Gy.

A3.5.7 Dựng đồ thị D_j theo $G(\text{Ce}^{3+})_j$. Các kết quả sẽ tuyến tính với độ dốc bằng "0". Nếu quan sát thấy đồ thị lệch đáng kể so với độ dốc bằng "0", nghĩa là có sự phụ thuộc của $G(\text{Ce}^{3+})$ vào liều hấp thụ, do đó dung dịch có thể không được chấp nhận (ví dụ, dung dịch bị nhiễm bẩn do tạp chất hữu cơ).

A3.5.8 Dựng đồ thị ΔA theo D theo công thức sau:

$$\Delta A_{ij} = \beta D_j \quad (\text{A3.8})$$

Trong đó:

ΔA là số gia độ hấp thụ của mẫu được chiếu xạ,

D là liều hấp thụ đối với dung dịch đo liều, tính bằng Gy, và

β là độ dốc của đồ thị xác định được theo đường tuyến tính hồi qui bình phương nhỏ nhất phù hợp với số liệu, tính bằng kg J^{-1} .

A3.5.9 Xác định giá trị trung bình $\overline{G(\text{Ce}^{3+})}$, tính bằng mol J^{-1} , theo công thức sau:

$$\overline{G(\text{Ce}^{3+})} = \frac{f \cdot \beta}{\varepsilon_m \rho d} \quad (\text{A3.9})$$

Trong đó:

ε_m là hệ số hấp thụ tuyến tính phân tử ($\text{m}^2 \text{mol}^{-1}$),

β là độ dốc của đồ thị xác định được bằng hồi qui bình phương nhỏ nhất phù hợp với số liệu, tính bằng kg J^{-1} ,

ρ là tỷ trọng của dung dịch đo liều, tính bằng kg m^{-3} ,

d là chiều dài đường quang của cột máy đo quang phổ, tính bằng m, và

f là hệ số pha loãng của mẫu của các liều kế được chiếu xạ.

A3.5.10 Ngoài ra, có thể tính giá trị trung bình $\overline{G(\text{Ce}^{3+})}$ theo công thức sau:

$$\overline{G(\text{Ce}^{3+})} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n G(\text{Ce}^{3+})_j \quad (\text{A3.10})$$

A3.6 Hiệu suất hóa học bức xạ của ion cerous, $G(\text{Ce}^{3+})$, bằng phương pháp đo điện thế

A3.6.1 Chuẩn bị các liều kế và chiếu xạ các liều kế này theo A3.5.1 và A3.5.2.

A3.6.2 Cho lượng chứa trong liều kế không chiếu xạ (ống) vào hai khoang của pin điện hóa. Xem Phụ lục A1 mô tả pin điện hóa.

A3.6.3 Để dung dịch đo liều không chiếu xạ trong pin điện hóa khoảng 30 min để tạo cân bằng qua vách ngăn xốp.

A3.6.4 Tháo dung dịch trong pin và đổ đầy lại bằng lượng chứa trong liều kế không chiếu xạ khác.

A3.6.5 Nối máy đo điện thế kỹ thuật số với pin. Nếu thế điện cực bằng "0" trong khoảng $\pm 0,2 \text{ mV}$, thì pin đã sẵn sàng để sử dụng.

A3.6.6 Tháo dung dịch không chiếu xạ từ khoang dưới của pin và tháo dung dịch từ mỗi liều kế đã chiếu xạ (ống) ra, bắt đầu qui trình với liều hấp thụ thấp nhất rồi đến liều hấp thụ cao nhất. Trong mỗi trường hợp, trước khi đo thế điện cực của bất kỳ liều kế nào, cần tráng pin bằng dung dịch của liều kế đó để giảm hiệu ứng của liều kế trước đó.

A3.6.7 Đọc thế điện cực, E , qua pin đối với cho từng liều kế sau khi cân bằng nhiệt độ trong pin, tính bằng milivol.

CHÚ THÍCH A3.4 Thế điện cực, E , trong pin điện hóa có hệ số nhiệt độ dương là $0,33 \%$ trên $^{\circ}\text{C}$ trong khoảng nhiệt độ từ 25°C đến 30°C (8). Để có độ chính xác nhất, chuẩn hóa phép đo đến nhiệt độ không đổi, do đó cần tính ảnh hưởng này.

A3.6.8 Giá trị ΔE trung bình của ba liều kế được chiếu xạ từ cùng mức liều hấp thụ. Dùng giá trị trung bình $\overline{\Delta E}$, để tính $G(\text{Ce}^{3+})$ phù hợp với công thức sau:

$$G(\text{Ce}^{3+})_j = \frac{10^3}{\rho D_j} \left[c_4 - \left(\frac{c_4 + c_5}{1 + \frac{c_5}{c_4} \text{anti log}_{10} \frac{\Delta E}{59,16}} \right) \right] \quad (\text{A3.11})$$

Trong đó:

c_4 và c_5 là nồng độ của ion ceric và cerous trong dung dịch đo liều không chiếu xạ, tương ứng, tính bằng mol dm^{-3} ,

D là độ hấp thụ, tính bằng Gy,

ρ là tỷ trọng của dung dịch đo liều, tính bằng kg m^{-3} , và

j là 1,2,...,n (số lượng mức liều hấp thụ nhận biết)

A3.6.9 Tính giá trị trung bình $\overline{G(\text{Ce}^{3+})}$ theo công thức sau:

$$\overline{G(\text{Ce}^{3+})} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n G(\text{Ce}^{3+})_j \quad (\text{A3.12})$$

A3.6.10 Dựng đồ thị D_j theo $G(\text{Ce}^{3+})$. Các kết quả sẽ tuyến tính với độ dốc bằng "0". Nếu quan sát thấy đồ thị lệch đáng kể so với độ dốc bằng "0", nghĩa là có sự phụ thuộc của $G(\text{Ce}^{3+})$ về liều hấp thụ, do đó dung dịch có thể không được chấp nhận (ví dụ, dung dịch bị nhiễm bẩn do tạp chất hữu cơ).

CHÚ THÍCH A3.5 Giá trị $\overline{G(\text{Ce}^{3+})}$ xác định được phù hợp với A3.5.9 và A3.6.9 sẽ bằng khoảng $2,3 \times 10^{-7} \text{ mol.l}^{-1}$ đến $2,5 \times 10^{-7} \text{ mol.l}^{-1}$ ở 25°C đối với các nồng độ của ion ceric và ion cerous được qui định cho dung dịch đo liều trong tiêu chuẩn này.

Thư mục tài liệu tham khảo

- (1) Bjergbakke, E., "The Ceric Sulfate Dosimeter." *Manual on Radiation Dosimetry*. Holm. N.W and Berry, R. J., Eds., Marcel Dekker, New York, 1970. pp. 323-326.
- (2) Sharpe. P.H. G. and Burns. D. T., "The Relative Response of Fricke, Dichromate and Alanine Dosimeters to ^{60}Co and High Energy Electron Beam Radiation," *Radiat. Phys. Chem.*, 46. 1995. pp. 1273-1277.
- (3) Matthews, R.W., "Effect of Solute Concentration and Temperature on the Ceric-Cerous Dosimeter," *Rad, Res.*, 55. 1973. pp. 243-255.
- (4) Fricke, H. and Hart. E J., "Chemical Dosimetry," *Radiation Dosimetry*, Vol II, Second Edition. Attix. F. H and Roesch. W. C., Academic Press, New York, 1966, pp. 167-239.
- (5) Matthew, R. W., "Aqueous Chemical Dosimetry," *Int. J. Appl. Rad. Isot.*, 33, 1982, pp. 1159-1170.
- (6) Matthews R. W., Mahlman, H.A., and Sworski. T.J., "Kinetics of the Oxidation of Cerium (III) by Peroxysulfuric Acids Induced by Cobalt-60 Radiation," *J.Phys. Chem.*, 74. 1970. pp. 2475-2479.
- (7) Taimuty. S L., Towie, L. H., and Peterson, D. L., "Ceric Dosimetry: Routine Use at 10^5 - 10^7 Rads," *Nucleonics*, 17. 1959. pp. 103-107.
- (8) Matthews, R. W., "Potentiometric Estimation of Megarad Dose with Ceric-Cerous system," *Int.J. Appl. Radiat. Isot.*, 23. 1972. pp. 179-185.
- (9) Matthews. R. W., "An Evaluation of the Ceric-Cerous System as an Impurity-Insensitive Megarad Dosimeter." *Int. J. Appl. Radiat, Isot.*, 22. 1971, pp. 199-207.
- (10) Weidner., V. R., Mavrodineanu. R., Mielenz, K. D., Zelapoldi. R. A., Eckerie. K. L and Adams, B., "Standard Reference Materials; Holmium Oxide Solution Wavelength Standard from 240-650 nm-SRM 2034." *NBS Special Publication 260-102*. 1986.
- (11) Burke. R. W., Deardoff, E. R., and Menis. O., "Liquid Absorbance Standards." *J Research NBS*, 76A. 1972, pp. 51-64.
- (12) Burke, R. W., and Mavrodineanu, R., "Standard Reference Materials: Certification and Use of Acidic Potassium Dichromate Solution as an Ultraviolet Absorbance Standard—SRM 935," *NBS Special Publication 260-54*. 1977.

- (13) Mavrodineanu, R., and Baldwin, J. R., "Standard Reference Materials: Metal-on-Quartz Filters as a Standard Reference Material for Spectrophotometry—SRM 2031." *NBS Special Publication 260-68*. 1980.
- (14) Burke, R. W., Smith M. V., Powell, L. J., and Mavrodineanu, R., "Performance Characteristics of NBS Glass and Metal-on-Quartz Transmittance Standards." *American Laboratory*, July, 1986. pp. 67-76.
- (15) "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement." *International Organization for Standardization*, 1995, ISBN 92-67-10188-9.
-