



- (12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ
(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ
(51)^{2022.01} G01N 1/28; G01N 23/09; G01T 7/00; (13) B
G01N 23/00



1-0053933

-
- (21) 1-2023-02445 (22) 13/04/2023
(45) 25/11/2025 452 (43) 27/11/2023 428A
(73) Khoa Các khoa học liên ngành, Đại học Quốc gia Hà Nội (VN)
Nhà G7, 144 Xuân Thủy, phường Dịch Vọng Hậu, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội
(72) Dương Văn Hào (VN); Hoàng Văn Hiệp (VN).
-

- (54) QUY TRÌNH XÁC ĐỊNH 210PO TRONG MẪU QUAN TRẮC SINH HỌC MÔI
TRƯỜNG PHÓNG XẠ VEN BIỂN SỬ DỤNG VỆM XANH (PERNA VIRIDIS)

(21) 1-2023-02445

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh (*Perna viridis*) bao gồm các bước:

- bước 1: chuẩn bị mẫu phân tích bao gồm khối gan tụy và/hoặc mô cơ từ mẫu vẹm xanh;

- bước 2: tạo đồng kết tủa của poloni với muối mangan amoni trong dung dịch mẫu;

- bước 3: tách chiết kết tủa poloni;

- bước 4: chuẩn bị nguồn phân tích bằng cách lắng đọng tự phát poloni trên đĩa bạc hình vuông có một mặt được dán băng dính kỹ thuật; và

- bước 5: tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên nguồn phân tích bằng phương pháp quang phổ alpha,

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến quy trình xác định đặc điểm hoạt độ ^{210}Po (Poloni) trong cơ thể vẹm xanh. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh. Đây là một loài trai hai mảnh vỏ sinh sống phổ biến ở khu vực ven biển Việt Nam với các đặc điểm đáng chú ý về khả năng đạt mức sinh khối cao, chịu được các biến động của môi trường, tập trung nhiều chất ô nhiễm môi trường vô cơ và hữu cơ trong đó có các chất phóng xạ. Thức ăn của chúng chủ yếu đến từ thực vật, động vật phù du và các vật liệu hữu cơ lơ lửng, những đối tượng có khả năng hấp thụ/tập hợp/làm giàu chất phóng xạ trong môi trường nước biển. Do cơ chế ăn với một “bộ lọc”, nên chúng có thể tích lũy lớn hàm lượng phóng xạ trong cơ và khối gan tụy. Việc sử dụng vẹm xanh như một đối tượng quan trắc sinh học môi trường phóng xạ biển Việt Nam là cơ sở khoa học và phù hợp với yêu cầu thực tiễn hiện nay về tình hình nguy cơ ô nhiễm môi trường phóng xạ biển tại Việt Nam cũng như một số nước Châu Á. Sáng chế đề xuất hướng đi hoàn toàn mới trong việc xây dựng quy trình cho các phương pháp ứng dụng trong nghiên cứu về môi trường phóng xạ trong biển, đồng thời cung cấp nhiều hiểu biết về một số quá trình trong cột nước đại dương, trong các hệ thống sinh học, môi trường nước và trầm tích. Đây được coi là một trong những hướng mới trong việc nghiên cứu về mối quan hệ giữa các đồng vị phóng xạ ^{210}Po với môi trường sinh thái biển. Bên cạnh đó là đánh giá khả năng ứng dụng vẹm xanh để giám sát môi trường phóng xạ biển. Ngoài ra, sáng chế còn giúp cho những nhà quản lý thực phẩm trong việc đặt lại những quy chuẩn đánh giá chất lượng an toàn phóng xạ cho các loài hải sản.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hơn 70% bề mặt Trái đất là đại dương - nơi chứa phần lớn các chất thải hiện nay được đổ thải từ đất liền. Một số hạt nhân phóng xạ sẽ hoạt động trong nước ở dạng hòa tan, trong khi một số khác sẽ không hòa tan hoặc kết dính với các hạt vật liệu lơ lửng sẽ bị chuyển sang trầm tích biển hoặc bị hấp thụ bởi sinh vật biển. Khoảng 8% phơi nhiễm bức xạ xảy ra từ việc tiêu thụ thực phẩm được sản xuất trong môi trường tự nhiên. Việc con người ăn hải sản có chứa hạt nhân phóng xạ là một trong những nguồn chính gây phơi nhiễm phóng xạ tự nhiên. Do đó, việc quan trắc sinh học môi trường phóng xạ bằng các loài sinh vật biển và nguy cơ ảnh hưởng đến sức khỏe do ăn phải hải sản chứa phóng xạ là một trong những mối quan tâm lớn trên toàn thế giới hiện nay.

^{210}Po là một đồng vị tự nhiên phát alpha, là một thành viên của chuỗi phân rã ^{238}U với chu kỳ bán rã tương đối ngắn (138 ngày). Nguồn chính của ^{210}Po là từ phân rã của ^{222}Rn phát ra ban đầu từ vỏ Trái đất như các quá trình địa chất, khai thác, chế biến các

chất dẫn xuất và thải vào bầu khí quyển. Sau khi được phát ra, ^{210}Po tồn tại dưới dạng các hạt sol khí và được vận chuyển đến môi trường đất, thực vật và môi trường nước bằng cách lắng đọng bụi hoặc theo nguồn nước mưa. Các liều bức xạ đóng góp từ nồng độ ^{210}Po được báo cáo là cao hơn đáng kể. Chúng nổi tiếng là phản ứng hạt trong môi trường biển, gây hại đến quần thể và hệ sinh thái khi được chuyển cùng chuỗi thức ăn vào cơ thể. ^{210}Po được hấp thụ bởi các sinh vật phù du và các bã mùn hữu cơ dạng hạt. Trong môi trường biển, ^{210}Po hoặc các hạt nhân phóng xạ khác được tích lũy mạnh bởi các sinh vật biển và sẽ được chuyển sang con người bằng cách ăn thức ăn có nguồn gốc từ biển.

Các nghiên cứu trên thế giới hiện nay mặc dù đã thực hiện việc xác định ^{210}Po trong các loại sinh vật để dự báo sự hiện diện và các quá trình phóng xạ biển nhưng hầu hết không đưa ra một quy trình cụ thể nào. Hoặc trong việc đưa ra các sáng chế hiện cũng ở các lĩnh vực khác với lĩnh vực sáng chế đề cập như việc xác định sự phát xạ các hạt alpha từ vật liệu kim loại và loại bỏ ^{210}Po và/hoặc ^{210}Pb bằng kỹ thuật nấu chảy được đề cập trong sáng chế số US9194961B2 của tác giả Brett M.Clark (2015). Hoặc sáng chế số hiệu US9202600B2 của Helge Leif Ravn cùng các cộng sự (2006) đề cập đến phương pháp sản xuất quy mô lớn các đồng vị phóng xạ không chứa hạt mang điện có độ tinh khiết cao được bổ sung bằng cách áp dụng một số "hoạt động đơn vị" bắt nguồn từ vật lý và khoa học vật liệu.

Việt Nam là quốc gia ven biển nằm bên bờ Tây của Biển Đông, có địa chính trị và địa kinh tế rất quan trọng. Với đường bờ biển dài trên 3.260 km trải dài từ Bắc xuống Nam, thì nước ta có diện tích biển khoảng trên 1 triệu km^2 , gấp 3 lần diện tích đất liền, chiếm gần 30% diện tích Biển Đông (cả Biển Đông gần 3,5 triệu ki-lô-mét vuông). Nước ta thuộc miền nhiệt đới khí hậu nóng ẩm mưa nhiều, lớp đất đá bề mặt chịu tác dụng phong hóa xâm thực mạnh mẽ. Do đó dẫn tới khả năng phát tán do hòa tan, phát tán các đồng vị phóng xạ tồn tại ở các mỏ đất hiếm, sa khoáng và các mỏ phóng xạ từ hoạt động khai thác và chế biến khoáng sản.

Việc đánh giá liều hiệu dụng, liều nguy hại và mức ô nhiễm môi trường phóng xạ bằng cách xác định chính xác hoạt độ các nguyên tố phóng xạ trong sinh vật biển cũng rất cần thiết. Với dữ liệu thu được sẽ cung cấp thông tin cho việc hoạch định chính sách phát triển, sử dụng hợp lý, bảo vệ môi trường và phát triển bền vững ở khu vực đang và có tiềm năng khai thác mà ở đó có hoạt độ phóng xạ cao.

Sáng chế được đánh giá là hướng đi đầu tiên ở Việt Nam trong việc đánh giá khả năng ứng dụng đối tượng là sinh vật biển trong quan trắc và giám sát môi trường phóng xạ đại dương.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là cung cấp quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vệt xanh với các mục tiêu sau:

- (1) Tối ưu hóa sự lắng đọng tự phát (tự động) poloni thông qua việc chỉ sử dụng

cốc thủy tinh thông thường và một mặt của giấy bạc vuông, nhằm tối ưu hóa quy trình tách chiết, tinh chế poloni, mà không sử dụng cốc teflon, khuấy từ hoặc bất kỳ thiết bị/vật dụng chuẩn bị mẫu nào như ở các phương pháp chiết lỏng-lỏng/sắc ký trao đổi ion/tách điện phân đã biết. Kết quả của quy trình tối ưu là đơn giản hóa, ít tốn thời gian, giảm chi phí lớn nhưng khả năng thu hồi hóa học poloni vẫn đạt cao trên 80% và có thể áp dụng mở rộng cho bất kỳ mẫu môi trường nào khi áp dụng từ bước đã được hóa lỏng mẫu.

(2) Xây dựng quy trình chuẩn xác định ^{210}Po trong mẫu vẹm xanh mà có thể áp dụng cho mọi mẫu môi trường dạng lỏng nói riêng và mẫu môi trường nói chung.

Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh (*Perna viridis*) bao gồm các bước:

- bước 1: chuẩn bị mẫu phân tích:

chuẩn bị mẫu cần phân tích bao gồm khối gan tụy và/hoặc mô cơ từ mẫu vẹm xanh,

cho chất chuẩn ^{209}Po với hoạt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 500 mBq vào mẫu cần phân tích, trong đó tỷ lệ của chất chuẩn ^{209}Po với mẫu cần phân tích là 1g/(0,1-3g),

hoà tan hoàn toàn mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po nêu trên trong axit H_2SO_4 đậm đặc kết hợp nhỏ từ từ xúc tác H_2O_2 30% đến 50% theo nhiều lần, mỗi lần cách nhau 5-10 phút, trong đó:

tỷ lệ của axit H_2SO_4 với mẫu cần phân tích là (5-20mL)/(0,1-3g),

tổng tỷ lệ của xúc tác H_2O_2 với mẫu cần phân tích là tối đa 10mL/(0,1-3g),

và thể tích của xúc tác H_2O_2 được thêm mỗi lần được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 0,4-0,6mL,

tùy ý, gia nhiệt dung dịch mẫu nêu trên một hoặc nhiều lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60-80°C, để tăng tốc độ hòa tan mẫu cần phân tích;

- bước 2: tạo đồng kết tủa:

pha loãng dung dịch mẫu thu được ở bước 1 bằng nước cất và thêm chất chỉ thị màu pH,

điều chỉnh độ pH của dung dịch mẫu đến lớn hơn 9 bằng dung dịch NH_3 ,

tiếp tục thêm KMnO_4 0,2-0,4M và MnCl_2 0,2-0,4M, gia nhiệt, tốt hơn là kết hợp khuấy từ, dung dịch mẫu ở nhiệt độ 75-85°C trong 25-35 phút, để tạo đồng kết tủa của poloni với MnO_2 trong dung dịch mẫu, và

giữ dung dịch mẫu nêu trên qua đêm trước khi tách chiết kết tủa;

- bước 3: tách chiết kết tủa poloni:

tách và rửa kết tủa khỏi chất lỏng của dung dịch mẫu nêu trên bằng nước cất sử dụng máy văng ly tâm với vận tốc 2500-3500 vòng/phút trong 5-10 phút, quá trình ly tâm tách, rửa kết tủa được tiến hành cho đến khi kết tủa đạt pH tự nhiên,

hoà tan lượng kết tủa thu được trong HCl 5 - 9M và sau đó dung dịch thu được được làm bay hơi cho đến khô ở nhiệt độ 75-85°C, và

hoà tan mẫu thu được sau khi làm bay hơi trong HCl 0,4-0,6 M;

- bước 4: chuẩn bị nguồn phân tích:

bổ sung axit ascorbic ($C_6H_8O_6$) vào dung dịch mẫu thu được từ bước 3, để khử Fe^{3+} thành Fe^{2+} vì Fe^{3+} trong mẫu cản trở sự lắng đọng tự phát của poloni,

đặt đĩa bạc hình vuông ở đáy cốc thủy tinh thông thường, trong đó đĩa bạc có một mặt được dán băng dính kỹ thuật, để giảm sự mất mẫu do hấp thụ trên mặt đĩa này và tăng hiệu suất thu hồi poloni ở mặt còn lại,

cho dung dịch mẫu đã bổ sung axit ascorbic vào cốc thủy tinh chứa đĩa bạc một mặt nêu trên và tiến hành đun nóng ở nhiệt độ 75-85°C trong 3-4 giờ, để ^{210}Po trong dung dịch được lắng đọng tự động trên một mặt của đĩa bạc, và

thu đĩa bạc một mặt chứa ^{210}Po lắng đọng trên đó, rửa bằng nước cất và để khô ở nhiệt độ phòng qua đêm, thu được nguồn phân tích dùng cho phép đo ở bước 5; và

- bước 5: tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên nguồn phân tích (mẫu đo) bằng phương pháp quang phổ alpha, trong đó ở bước này:

mẫu phóng được chuẩn bị như mẫu cần phân tích được đề cập trong các bước từ 1 đến 4 nêu trên, nhưng thay mẫu cần phân tích bằng nước cất,

tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên nguồn phân tích bằng hệ phổ kế alpha được trang bị đầu dò bán dẫn PIPS (Passivated Implanted Planar Silicon-Đầu dò Silic nuôi cấy ion thụ động),

tính hoạt độ của ^{210}Po trong các mẫu đo theo công thức (1.1):

$$A_{^{210}Po} = A_{^{209}Po} \cdot \frac{n_{^{210}Po}}{n_{^{209}Po} \cdot m} \quad (1.1)$$

trong đó:

$A_{^{210}Po}$: hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo (Bq/Kg)

$A_{^{209}Po}$: hoạt độ của chất chuẩn ^{209}Po được sử dụng trong mẫu đo (Bq)

$n_{^{210}Po}$: tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu đo đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu phóng

$n_{^{209}Po}$: tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{209}Po đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{209}Po của mẫu phóng

m: khối lượng mẫu đo (Kg),

tính hoạt độ ^{210}Po trong mẫu vệt xanh tại thời điểm thu mẫu theo công thức (1.2):

$$A_{0_{210Po}} = \frac{A_{210Po}}{\ln \frac{2}{e^{-\lambda t}}} \quad (1.2)$$

trong đó:

$A_{0_{210Po}}$: hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu vệm xanh tại thời điểm thu mẫu (Bq/Kg)

A_{210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo xong theo công thức (1.1)

(Bq/Kg)

$\lambda = \frac{\ln 2}{T}$: hằng số phóng xạ (ngày⁻¹)

T: chu kỳ bán rã của ^{210}Po (ngày)

t: thời gian từ ngày thu mẫu đến ngày đo mẫu (ngày),

trong đó:

sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po (không tính sai số truyền của mẫu phóng) được tính theo công thức (1.3):

$$\delta A_{210Po} = \sqrt{\left(\frac{\sqrt{\delta S_{209Po}}}{\delta S_{209Po}} \right)^2 + \left(\frac{\sqrt{\delta S_{210Po}}}{\delta S_{210Po}} \right)^2} \quad (1.3)$$

trong đó:

δA_{210Po} : sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po trong mẫu đo

δS : sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po , ^{209}Po tương ứng trong mẫu đo, và thời gian đo của từng mẫu được chọn để sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po và ^{209}Po tương ứng nhỏ hơn 10%, tốt hơn là nhỏ hơn 5%, và

kiểm soát chất lượng quy trình xác định ^{210}Po bằng cách sử dụng chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu, trong đó mẫu đo chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu được chuẩn bị và đo như mẫu cần phân tích được đề cập trong các bước từ 1 đến 5 nêu trên, nhưng ở bước 1 thay mẫu cần phân tích bằng mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 1, mẫu cần phân tích là khối gan tụy hoặc mô cơ từ mẫu vệm xanh.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 1, chất chuẩn ^{209}Po được sử dụng có hoạt độ 100 mBq.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 2, sau khi pha loãng dung dịch mẫu bằng nước cất, dung dịch này được bổ sung dung dịch HNO_3 4-6M hoặc HCl 4-6M để tránh sự hình thành cặn bám vào thành đồ chứa dung dịch mẫu, thể tích của dung dịch HNO_3 hoặc HCl được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 5-7mL.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 2, thể tích của mỗi dung dịch KMnO_4 và MnCl_2 được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân

tích nêu trên là 3 - 5mL.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 2, mỗi dung dịch KMnO_4 và MnCl_2 có nồng độ bằng 0,3M.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 2, dung dịch mẫu sau khi bổ sung KMnO_4 và MnCl_2 được đun nóng, tốt hơn là kết hợp khuấy từ, ở nhiệt độ khoảng 80°C trong khoảng 30 phút.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 3, vận tốc của máy văng ly tâm được thiết đặt là 3000 vòng/phút trong 5 phút.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 3, thể tích của dung dịch HCl 5-9M được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 25-30mL.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 3, việc làm bay hơi dung dịch cho đến khô được tiến hành ở nhiệt độ khoảng 80°C .

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 3, mẫu thu được sau khi làm bay hơi được hoà tan trong HCl 0,5M.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 3, thể tích của dung dịch HCl để hoà tan mẫu thu được sau khi làm bay hơi được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 25-35mL.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 4, đĩa bạc có dạng hình vuông với kích thước tối thiểu $1 \times 1 \text{ cm}$ tùy thuộc đầu dò được sử dụng, và có chiều dày 0,2-0,4cm.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 4, dung dịch mẫu trong cốc thủy tinh được đun nóng ở nhiệt độ khoảng 80°C .

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 5, hệ phổ kế alpha đo các hạt alpha trong dải năng lượng từ 0 đến 10 MeV, độ phân giải năng lượng $\leq 20 \text{ keV}$ (FWHM) với khoảng cách đặt trong 10 thang đo giữa đầu dò và nguồn phân tích (đĩa bạc vuông), độ phân giải 3 nA, hiệu suất đầu dò có thể đạt được 22% đối với khoảng cách từ đầu dò đến nguồn phân tích gần nhất, phong phóng xạ nền ≤ 1 số đếm/giờ dựa trên dải năng lượng 3 MeV.

Theo một phương án thực hiện, trong đó quy trình chỉ bao gồm 5 bước như đã được đề cập nêu trên.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là phổ alpha của chất đánh dấu ^{209}Po theo một phương án thực hiện để làm ví dụ.

Hình 2 là phổ alpha đo hai đỉnh của đồng vị ^{210}Po và ^{209}Po trong mẫu cơ vệt theo một phương án thực hiện để làm ví dụ.

Hình 3 là quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu vệt xanh theo một phương án thực hiện để làm ví dụ.

Hình 4 là đồ thị thể hiện hoạt độ trung bình ^{210}Po trong các bộ phận của vệt xanh

theo một phương án thực hiện để làm ví dụ.

Hình 5 là đồ thị thể hiện hoạt độ ^{210}Po trong các mẫu vẹm xanh, sò, ron (trong cơ, khối gan tụy) và môi trường nước, trầm tích theo một phương án thực hiện để làm ví dụ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, các phương án thực hiện ưu tiên của quy trình theo sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn. Tuy nhiên, lưu ý rằng phạm vi của sáng chế không chỉ giới hạn ở các phương án thực hiện ưu tiên được mô tả dưới đây dưới dạng ví dụ minh họa cho sáng chế và cần hiểu rằng phạm vi của sáng chế bao gồm tất cả các cải biến, các thay đổi tương đương khác của chúng.

Như được minh họa trên Hình 3, quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh (*Perna Viridi*) theo sáng chế bao gồm các bước:

- Bước 1: Chuẩn bị mẫu phân tích:

chuẩn bị mẫu cần phân tích bao gồm khối gan tụy và/hoặc mô cơ từ mẫu vẹm xanh, tốt hơn là vẹm xanh châu Á, các phần này có thể được sử dụng dưới dạng các mẫu riêng rẽ để phân tích độc lập hoặc có thể được kết hợp với nhau thành một mẫu hỗn hợp,

cho chất chuẩn (chất đánh dấu) ^{209}Po với hoạt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 500 mBq vào mẫu cần phân tích, trong đó tỷ lệ của chất chuẩn ^{209}Po với mẫu cần phân tích là 1g/(0,1-3g),

hoà tan mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po nêu trên trong axit H_2SO_4 đậm đặc kết hợp nhỏ từ từ xúc tác H_2O_2 30% đến 50% theo nhiều lần, ví dụ 3-5 lần, để hỗ trợ cho việc hòa tan hoàn toàn mẫu, mỗi lần cách nhau 5-10 phút, trong đó:

tỷ lệ của axit H_2SO_4 với mẫu cần phân tích là (5-20mL)/(0,1-3g), hoặc lấy

tỷ lệ bất kỳ được chọn trong khoảng tỷ lệ này,

tổng tỷ lệ của xúc tác H_2O_2 với mẫu cần phân tích là tối đa 10mL/(0,1-3g),

hoặc lấy tỷ lệ bất kỳ được chọn trong khoảng tỷ lệ này,

và thể tích của xúc tác H_2O_2 được thêm mỗi lần được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 0,4-0,6mL,

hoặc lấy tỷ lệ bất kỳ được chọn trong khoảng tỷ lệ này,

tùy ý, gia nhiệt dung dịch mẫu nêu trên một hoặc nhiều lần, ví dụ 3-5 lần, ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60-80°C, để tăng tốc độ hòa tan mẫu cần phân tích và tránh làm mẫu poloni bị thăng hoa.

Dung dịch mẫu thu được tốt hơn là được để qua đêm và mức độ hòa tan hoàn toàn của mẫu cần phân tích được kiểm tra, ví dụ bằng mắt thường. Nếu mẫu chưa được hòa tan hoàn toàn, có thể tiếp tục tiến hành việc gia nhiệt một hoặc nhiều lần tại nhiệt độ nằm trong khoảng 60-80°C như nêu trên. Đây là một trong những kỹ thuật quan trọng trong kỹ thuật chuẩn bị mẫu để đảm bảo hiệu suất và nâng cao độ chính xác của phép đo.

Theo một phương án thực hiện của bước 1, trong đó mẫu cần phân tích là hỗn hợp

gồm khối gan tụy và mô cơ từ mẫu vệt xanh. Theo một phương án thực hiện cụ thể hơn, khối lượng của khối gan tụy được sử dụng trong hỗn hợp lớn hơn khối lượng của mô cơ, do hầu hết các chất ô nhiễm ^{210}Po sẽ tập trung tại khối gan tụy. Theo một phương án thực hiện cụ thể hơn, tỷ lệ khối lượng của khối gan tụy/mô cơ nằm trong khoảng (90-99)/(1-10), (80-89)/(11-20), (70-79)/(21-30), (60-69)/(31-40), hoặc (trên 50-59)/(41-dưới 50), hoặc tỷ lệ bất kỳ được chọn trong số các khoảng tỷ lệ này.

Theo một phương án thực hiện của bước 1, trong đó chất chuẩn (chất đánh dấu) ^{209}Po được cho vào mẫu cần phân tích có hoạt độ nằm trong khoảng 50-100 mBq, 100-150 mBq, 150-200 mBq, 200-250 mBq, 250-300 mBq, 300-350 mBq, 350-400 mBq, 400-450 mBq, 450-500 mBq, hoặc trị số bất kỳ được chọn trong số các khoảng này.

Theo một phương án thực hiện của bước 1, trong đó tỷ lệ của chất chuẩn ^{209}Po với mẫu cần phân tích là 1g/(0,1-0,5g), 1g/(0,5-1g), 1g/(1-1,5g), 1g/(1,5-2g), 1g/(2-2,5g), hoặc 1g/(2,5-3g), hoặc tỷ lệ bất kỳ được chọn trong số các khoảng tỷ lệ này.

Theo một phương án thực hiện để làm ví dụ, như được đề cập trên Hình 3, trong đó ở bước 1, vệt xanh được mổ và thu hai phần mẫu riêng biệt: khối gan tụy và mô cơ. Sau đó, lấy mỗi mẫu với khối lượng 0,1-3g và cho vào mỗi mẫu này 1g chất chuẩn ^{209}Po với hoạt độ 100 mBq. Tiếp theo, tiến hành hòa tan hoàn toàn mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po nêu trên trong 5-20mL axit H_2SO_4 đậm đặc kết hợp nhỏ từ từ xúc tác H_2O_2 30% đến 50% theo nhiều lần, với thể tích khoảng 0,5mL/lần, mỗi lần cách nhau 5-10 phút, tổng thể tích của xúc tác H_2O_2 tối đa là 10mL. Tùy ý, gia nhiệt dung dịch mẫu nêu trên, chẳng hạn bằng cách đun ấm, 3-5 lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60-80°C.

- Bước 2: Tạo đồng kết tủa:

pha loãng dung dịch mẫu thu được ở bước 1 bằng nước cất và thêm chất chỉ thị màu pH,

điều chỉnh độ pH của dung dịch mẫu đến lớn hơn 9 bằng dung dịch NH_3 ,

tiếp tục thêm KMnO_4 0,2-0,4M và MnCl_2 0,2-0,4M, gia nhiệt, tốt hơn là kết hợp khuấy từ, dung dịch mẫu ở nhiệt độ 75-85°C trong 25-35 phút, để tạo đồng kết tủa của poloni với MnO_2 trong dung dịch mẫu, và

giữ dung dịch mẫu nêu trên qua đêm trước khi tách chiết kết tủa.

Theo một phương án thực hiện của bước 2, trong đó sau khi pha loãng dung dịch mẫu thu được ở bước 1 bằng nước cất, tốt hơn là trước khi thêm chất chỉ thị màu pH, dung dịch này được bổ sung dung dịch HNO_3 4-6M hoặc HCl 4-6M với lượng thể tích thích hợp để tránh sự hình thành cặn bám vào thành đồ chứa dung dịch mẫu. Tốt hơn là, thể tích của dung dịch HNO_3 hoặc HCl được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 5-7mL.

Theo một phương án thực hiện của bước 2, trong đó thể tích của mỗi dung dịch KMnO_4 và MnCl_2 được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 3 - 3,5mL, 3,5 - 4mL, 4 - 4,5mL, hoặc 4,5 - 5mL, hoặc trị số mL bất kỳ

được chọn trong số các khoảng này.

Theo một phương án thực hiện của bước 2, trong đó nồng độ của mỗi dung dịch KMnO_4 và MnCl_2 nằm trong khoảng 0,2-0,25M, 0,25-0,3M, 0,3-0,35M hoặc 0,35-0,4M, hoặc trị số nồng độ bất kỳ được chọn trong số các khoảng này.

Theo một phương án thực hiện của bước 2, trong đó nồng độ của mỗi dung dịch KMnO_4 và MnCl_2 là 0,3M.

Theo một phương án thực hiện của bước 2, trong đó dung dịch mẫu sau khi bổ sung KMnO_4 và MnCl_2 được đun nóng, tốt hơn là kết hợp khuấy từ, ở nhiệt độ khoảng 80°C trong khoảng 30 phút.

Theo một phương án thực hiện của bước 2, trong đó dung dịch HNO_3 hoặc HCl được bổ sung có nồng độ nằm trong khoảng 4-4,5M, 4,5-5M, 5-5,5M, hoặc 5,5-6M, hoặc trị số nồng độ bất kỳ được chọn trong số các khoảng này.

Theo một phương án thực hiện của bước 2, trong đó thể tích của dung dịch HNO_3 hoặc HCl được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 5-5,5mL, 5,5-6mL, 6-6,5mL, hoặc 6,5-7mL, hoặc trị số mL bất kỳ được chọn trong số các khoảng này.

Mục đích của bước 2 là để tạo đồng kết tủa của poloni với MnO_2 được tạo ra như là chất keo tụ trong dung dịch. Trong bước này, đồng vị của Po sẽ đồng kết tủa theo dạng keo hấp thụ với muối của mangan amoni.

Đồng kết tủa poloni là một bước quan trọng để cải thiện ngưỡng tối thiểu phát hiện phân tích hiệu quả (Minium Detection Analysis - MDA) và độ nhạy của phương pháp.

- Bước 3: Tách chiết kết tủa poloni:

Theo sáng chế, bước 3 – tách chiết kết tủa poloni được tiến hành như sau:

tách và rửa kết tủa khỏi chất lỏng của dung dịch mẫu nêu trên bằng nước cất sử dụng máy văng ly tâm với vận tốc 2500-3500 vòng/phút trong 5-10 phút, quá trình ly tâm tách, rửa được tiến hành cho đến khi kết tủa đạt pH tự nhiên,

hoà tan lượng kết tủa thu được trong HCl 5 - 9M và sau đó dung dịch thu được được làm bay hơi cho đến khô ở nhiệt độ $75-85^\circ\text{C}$, tốt hơn là khoảng 80°C , và

hoà tan mẫu (cặn) thu được bằng HCl 0,4-0,6 M.

Theo một phương án thực hiện của bước 3, trong đó vận tốc của máy văng ly tâm được thiết đặt là 3000 vòng/phút trong 5 phút.

Theo một phương án thực hiện của bước 3, trong đó thể tích của dung dịch HCl 5-9M được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 25-30mL hoặc trị số mL bất kỳ được chọn trong số khoảng này. Theo một phương án thực hiện cụ thể hơn, trong đó dung dịch HCl ở đây có nồng độ nằm trong khoảng 5-5,5M, 5,5-6M, 6-6,5M, 6,5-7M, 7,5-8M, 8-8,5M, hoặc 8,5-9M, hoặc trị số nồng độ bất kỳ được chọn trong số các khoảng này.

Theo một phương án thực hiện của bước 3, trong đó nồng độ của dung dịch HCl để hoà tan mẫu (cặn) thu được sau khi làm bay hơi nằm trong khoảng 0,4-0,45 M, 0,45-0,5 M, 0,5-0,55 M, hoặc 0,55-0,6 M, hoặc trị số nồng độ bất kỳ được chọn trong số các khoảng này.

Theo một phương án thực hiện của bước 3, trong đó thể tích của dung dịch HCl để hoà tan mẫu (cặn) thu được sau khi làm bay hơi được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 25-35mL, ví dụ 30mL hoặc trị số mL bất kỳ được chọn trong số khoảng này.

- Bước 4: Chuẩn bị nguồn phân tích:

bổ sung axit ascorbic ($C_6H_8O_6$) vào dung dịch mẫu thu được từ bước 3, để khử Fe^{3+} thành Fe^{2+} vì Fe^{3+} trong mẫu cản trở sự lắng đọng tự phát của poloni từ dung dịch axit HCl nồng độ thấp nêu trên,

đặt đĩa bạc hình vuông ở đáy cốc thủy tinh thông thường, trong đó đĩa bạc có một mặt được dán băng dính kỹ thuật, để giảm sự mất mẫu do hấp thụ trên mặt đĩa này và tăng hiệu suất thu hồi poloni ở mặt còn lại,

cho dung dịch mẫu đã bổ sung axit ascorbic vào cốc thủy tinh chứa đĩa bạc một mặt nêu trên và tiến hành đun nóng ở nhiệt độ 75-85°C, tốt hơn là khoảng 80°C, trong 3-4 giờ, để ^{210}Po trong dung dịch được lắng đọng tự động (tự phát) trên một mặt của đĩa bạc (mặt không có lớp băng dính), và

thu đĩa bạc một mặt chứa ^{210}Po lắng đọng trên đó, rửa bằng nước cất và để khô ở nhiệt độ phòng qua đêm, thu được nguồn phân tích dùng cho phép đo ở bước 5.

Theo một phương án thực hiện của bước 4, trong đó lượng axit ascorbic ($C_6H_8O_6$) được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 150-250mg, chẳng hạn 200mg.

Theo một phương án thực hiện của bước 4, trong đó đĩa bạc có dạng hình vuông với kích thước tối thiểu 1x1cm tùy thuộc đầu dò được sử dụng, và có chiều dày 0,2-0,4cm.

Việc dùng băng dính kỹ thuật để che phủ một mặt của đĩa bạc là kỹ thuật quan trọng giúp giảm chi phí, giảm giá thành, thời gian khi bỏ qua các bước sử dụng hệ điện phân cho đĩa một mặt, sử dụng cốc Teflon với khuấy từ, hoặc sử dụng sắc ký trao đổi ion để làm lắng đọng ^{210}Po lên bề mặt đĩa như ở các kỹ thuật thông thường đã biết, mà vẫn đạt hiệu quả tốt.

- Bước 5: Tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên nguồn phân tích (mẫu đo) bằng phương pháp quang phổ alpha:

Phép đo phân tích ^{210}Po được thực hiện bằng phương pháp quang phổ alpha. Quang phổ alpha là phương pháp phổ biến nhất để xác định ^{210}Po trong các mẫu môi trường và sinh học sử dụng đầu dò bán dẫn, tốt hơn là đầu dò bán dẫn PIPS (Passivated Implanted Planar Silicon). Phương pháp quang phổ alpha có hiệu quả trong việc xác định

chính xác các đồng vị phát xạ alpha và ^{210}Po với các đỉnh năng lượng riêng biệt có thể thu được nhờ quá trình tách riêng biệt các đồng vị poloni hiệu quả theo các bước 1-4 nêu trên.

Trong bước 3, mẫu phong được chuẩn bị đồng thời như mẫu cần phân tích được đề cập trong các bước từ 1 đến 4 nêu trên, nhưng thay mẫu cần phân tích bằng nước cất,

Sau khi đã chuẩn bị xong mẫu đo và mẫu phong, tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên mẫu đo bằng hệ phổ kế alpha được trang bị phần mềm xử lý và đầu dò bán dẫn PIPS (Passivated Implanted Planar Silicon-Đầu dò Silic nuôi cấy ion thụ động).

Sau khi thu được diện tích đỉnh ^{209}Po và ^{210}Po (như ở Hình 2) của mẫu cơ và/hoặc khối gan tụy của vẹm xanh và trừ đi diện tích đỉnh ^{209}Po và ^{210}Po tương ứng của mẫu phong, tính hoạt độ của ^{210}Po trong các mẫu đo theo công thức (1.1):

$$A_{210Po} = A_{209Po} \cdot \frac{n_{210Po}}{n_{209Po} \cdot m} \quad (1.1)$$

trong đó:

A_{210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo (Bq/Kg)

A_{209Po} : hoạt độ của chất chuẩn ^{209}Po được sử dụng trong mẫu đo (Bq)

n_{210Po} : tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu đo đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu phong

n_{209Po} : tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{209}Po đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{209}Po của mẫu phong

m: khối lượng mẫu đo (Kg),

tính hoạt độ ^{210}Po trong mẫu vẹm xanh tại thời điểm thu mẫu theo công thức (1.2):

$$A_{0210Po} = \frac{A_{210Po}}{\ln \frac{2}{e^{-\lambda t}}} \quad (1.2)$$

trong đó:

A_{0210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu vẹm xanh tại thời điểm thu mẫu (Bq/Kg)

A_{210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo xong theo công thức (1.1) (Bq/Kg)

$\lambda = \frac{\ln 2}{T}$: hằng số phóng xạ (ngày⁻¹)

T: chu kỳ bán rã của ^{210}Po (ngày)

t: thời gian từ ngày thu mẫu đến ngày đo mẫu (ngày),

trong đó:

sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po (không tính sai số truyền của mẫu phong) được tính theo công thức (1.3):

$$\delta A_{^{210}\text{Po}} = \sqrt{\left(\frac{\sqrt{\delta S_{^{209}\text{Po}}}}{\delta S_{^{209}\text{Po}}}\right)^2 + \left(\frac{\sqrt{\delta S_{^{210}\text{Po}}}}{\delta S_{^{210}\text{Po}}}\right)^2} \quad (1.3)$$

trong đó:

$\delta A_{^{210}\text{Po}}$: sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po trong mẫu đo

δS : sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po , ^{209}Po tương ứng trong mẫu đo, và thời gian đo của từng mẫu được chọn để sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po và ^{209}Po tương ứng nhỏ hơn 10%, tốt hơn là nhỏ hơn 5%, và

tùy ý, kiểm soát chất lượng quy trình xác định ^{210}Po bằng cách sử dụng chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu (chất chuẩn đã biết trước hoạt độ), trong đó mẫu đo chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu được chuẩn bị và đo như mẫu cần phân tích được đề cập trong các bước từ 1 đến 5 nêu trên, nhưng ở bước 1 thay mẫu cần phân tích bằng mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu. Tức là, chỉ ở bước 1, mẫu đo chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu được chuẩn bị bằng cách pha chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu trong nước để thu được dung dịch chất chuẩn tham chiếu có nồng độ nhất định, các bước tiến hành sau đó được thực hiện như đối với các bước từ 2 đến 5 như nêu trên. Tương tự mẫu chuẩn kiểm soát chất lượng bằng ^{209}Po , mẫu phong cũng là mẫu trắng từ nước cất cũng được chuẩn bị tương tự như mẫu trắng dùng để đo mẫu cần phân tích.

Theo một phương án thực hiện, trong đó ở bước 5, hệ phổ kế alpha đo các hạt alpha trong dải năng lượng từ 0 đến 10 MeV, độ phân giải năng lượng ≤ 20 keV (FWHM) với khoảng cách đặt trong 10 thang đo giữa đầu dò và nguồn phân tích (đĩa bạc vuông), độ phân giải 3 nA, hiệu suất đầu dò có thể đạt được 22% đối với khoảng cách từ đầu dò đến nguồn phân tích gần nhất, phong phóng xạ nền ≤ 1 số đếm/giờ dựa trên dải năng lượng 3 MeV.

Theo một phương án thực hiện, trong đó quy trình theo sáng chế chỉ bao gồm 5 bước như đã được đề cập ở trên.

Lưu ý rằng, trong bản mô tả này, từ "khoảng" đi kèm với các trị số hoặc khoảng trị số để biểu thị sai số của trị số hoặc các trị số đầu mút của các khoảng trị số đó, sai số này có thể lên đến $\pm 5\%$.

Cũng lưu ý rằng, mặc dù các khoảng con của các khoảng trị số đã nêu không được chỉ ra cụ thể, tuy nhiên đối với sáng chế này, phạm vi của các khoảng trị số đã nêu có thể được điều chỉnh lại. Theo một cách thức, có thể điều chỉnh lại phạm vi của các khoảng trị số đã nêu bằng cách loại trừ bớt một hoặc một số trị số bất kỳ là đầu mút của khoảng trị số hoặc nằm trong khoảng trị số đã nêu đó, ví dụ với phạm vi của khoảng khối lượng mẫu cần phân tích là 0,1-3g, khoảng này có thể được điều chỉnh lại bằng cách loại trừ trị số 0,1; 2,5; hoặc 3g thuộc khoảng đó. Theo một cách thức khác, có thể điều chỉnh lại

phạm vi của các khoảng trị số đã nêu bằng cách lấy khoảng con bất kỳ trong khoảng trị số đã nêu, mặc dù trước đó không chỉ ra các trị số đầu mút của khoảng con đó, ví dụ, có thể lấy khoảng con từ 1 đến 2g trong khoảng 0,1-3g nêu trên, hoặc có thể giới hạn lại phạm vi của khoảng trị số đã nêu chỉ ở một hoặc một số trị số bất kỳ trong khoảng trị số đã nêu đó, ví dụ tại 1g, 1,5g, hoặc 2,5g.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây là một số ví dụ minh họa nhằm làm sáng tỏ bản chất của sáng chế, tuy nhiên lưu ý rằng phạm vi của sáng chế không bị hạn chế bởi các ví dụ cụ thể này.

Ví dụ 1: Quy trình 5 bước xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh

Đối tượng được đánh giá trong ví dụ này là loài vẹm xanh sống tại vùng biển Kê Gà, xã Tân Thành, huyện Hàm Thuận Nam, tỉnh Bình Thuận ($10^\circ 44' 13'' \text{ N}$, $107^\circ 57' 40'' \text{ E}$). Bình Thuận là một trong những tỉnh ven biển có phân bố sa khoáng titan và là tỉnh được đánh giá là có tiềm năng sa khoáng titan lớn nhất cả nước, thậm chí lớn nhất khu vực Đông Nam Á.

Vẹm xanh được lặn bắt tự nhiên ở vùng biển Kê Gà, huyện Hàm Thuận Nam, tỉnh Bình Thuận. Mẫu được lấy có tính đại diện về các tiêu chuẩn đặt ra, cùng khu vực, cùng điều kiện, cùng thời gian. Vẹm được lấy theo kích thước, tuổi và khối lượng khác nhau, chia làm 20 nhóm mẫu. Vẹm được bảo quản lạnh mang về phòng thí nghiệm, sau đó được mổ và làm sạch các sinh vật bám bản như tảo và các sinh vật phù du khác... Vẹm xanh sẽ được mổ để lấy khối gan tụy và mô cơ riêng biệt để làm thí nghiệm. Khối gan tụy là bộ phận tích lũy chất dinh dưỡng vì vậy hầu hết các chất ô nhiễm ^{210}Po sẽ tập trung tại bộ phận này.

Quy trình xác định đặc điểm hoạt độ ^{210}Po trong hai bộ phận cơ thể của vẹm xanh ở vùng biển Bình Thuận theo ví dụ này bao gồm các bước:

- Bước 1: Chuẩn bị mẫu phân tích

Mẫu vẹm xanh được mổ để lấy hai phần mẫu phân tích riêng biệt: khối gan tụy và mô cơ. Lấy mỗi mẫu khoảng 3g. Cho vào mỗi mẫu 1g chất chuẩn ^{209}Po với hoạt độ 100 mBq để làm chất chuẩn nội. Tiếp theo, là tiến hành hòa tan mỗi mẫu trong 20 mL axit H_2SO_4 95% kết hợp nhỏ từ từ xúc tác H_2O_2 30% với thể tích khoảng 0,5mL/lần, mỗi lần cách nhau 10 phút, tổng thể tích của xúc tác H_2O_2 tối đa 10mL, để hỗ trợ việc hòa tan hoàn toàn mẫu vẹm xanh cần phân tích. Đun ấm dung dịch mẫu 4 lần ở nhiệt độ 70°C . Sau đó, mẫu được để qua đêm và được kiểm tra độ hòa tan hoàn toàn bằng mắt thường theo độ trong của mẫu.

- Bước 2: Tạo đồng kết tủa

Mẫu sau khi được hòa tan hoàn toàn sẽ được pha thêm nước cất để pha loãng và dung hòa pH. Bổ sung 5 mL HNO_3 5M vào dung dịch mẫu để tránh sự hình thành cặn bám vào thành đồ chứa dung dịch mẫu. Dung dịch thu được được cho thêm chất chỉ thị

màu pH để kiểm tra sự thay đổi pH. Thêm 20mL dung dịch NH_3 25M để điều chỉnh pH dung dịch mẫu lớn hơn 9. Thêm tiếp 4mL KMnO_4 0,3M và 4mL MnCl_2 0,3M vào dung dịch mẫu để tạo ra sự đồng kết tủa của poloni với MnO_2 ở điều kiện pH >9. Để tối ưu hóa quá trình đồng kết tủa poloni với MnO_2 , dung dịch mẫu được trộn bằng khuấy từ trong khoảng 30 phút ở nhiệt độ khoảng 80°C. Mẫu thu được được giữ qua đêm trước khi tách chiết kết tủa. Mục đích của bước 2 là để tách riêng các đồng vị có cùng tính chất với ^{210}Po trong MnO_2 được tạo ra như là chất keo tụ kết tủa. Trong bước này đồng vị của Po sẽ đồng kết tủa theo dạng keo hấp thụ với muối của mangan amoni. Sau khi có được kết tủa, thì kết tủa được tách bằng cách chiết và lắng ly tâm và đưa về pH trung tính.

- Bước 3: Tách chiết kết tủa poloni

Quá trình tách kết tủa được bắt đầu bằng cách tách và rửa cặn khỏi chất lỏng với nước cất bằng máy lắng ly tâm với vận tốc 3000 vòng/phút trong 5 phút. Mẫu kết tủa thu được được hòa tan trong 30mL HCl 5M và sau đó dung dịch này được làm bay hơi cho đến khô ở nhiệt độ khoảng 80°C. Sau đó, mẫu thu được được hòa tan với 30 ml HCl 0,5 M.

- Bước 4: Chuẩn bị nguồn phân tích:

Trong bước chuẩn bị nguồn phân tích, mẫu dung dịch thu được được bổ sung 200mg axit ascorbic để khử Fe^{3+} thành Fe^{2+} vì Fe^{3+} trong mẫu cản trở sự lắng đọng tự phát của poloni. Đĩa bạc hình vuông kích thước 1x1cm, dày 0,2cm có một mặt được dán bằng băng dính kỹ thuật. Đặt đĩa bạc một mặt này ở đáy cốc thủy tinh thông thường. Cho dung dịch mẫu đã bổ sung axit ascorbic vào cốc thủy tinh chứa đĩa bạc một mặt nêu trên và tiến hành đun nóng ở nhiệt độ khoảng 80°C trong 3 giờ, để ^{210}Po trong dung dịch được lắng đọng tự động trên một mặt của đĩa bạc (mặt không có băng dính). Đĩa bạc chứa ^{210}Po lắng đọng trên đó được lấy ra, rửa sạch bằng nước cất, sau đó để khô ở nhiệt độ phòng, thu được nguồn phân tích.

- Bước 5: Tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên nguồn phân tích (mẫu đo) bằng phương pháp quang phổ alpha:

Nguồn phân tích là đĩa bạc chứa ^{210}Po lắng đọng trên đó được sử dụng làm mẫu để đo phổ alpha sử dụng đầu dò bán dẫn PIPS ở bước cuối cùng. Đồng thời với mẫu nghiên cứu, một mẫu phong cũng được chuẩn bị như được đề cập trong các bước 1-4 nêu trên, nhưng mẫu khối gan tụy và mô cơ trong mẫu vệt xanh được thay bằng nước cất, để giải thích cho phong nền có nguồn gốc từ thuốc thử hóa học, nhiễu điện tử hoặc hạt alpha phát ra từ buồng máy quang phổ. Mẫu sẵn sàng được đo bằng hệ phổ kế alpha ORTEC Alpha-Ensemble-4 với phần mềm Alpha-vision và đầu dò ALPHA-DUO-M1 - 450 mm², của Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội. Hệ phổ kế alpha đo các hạt alpha trong dải năng lượng từ 0 đến 10 MeV, độ phân giải năng lượng ≤ 20 keV (FWHM) với khoảng cách đặt trong 10 thang đo giữa đầu dò và nguồn phân tích (đĩa bạc vuông), độ phân giải 3 nA, hiệu suất đầu dò có thể đạt được 22% đối với khoảng cách từ

đầu dò đến nguồn phân tích gần nhất, phong phóng xạ nền ≤ 1 số đếm/giờ dựa trên dải năng lượng 3 MeV. Phần mềm Alpha-vision được sử dụng cho phân tích phổ alpha thu được của poloni. Giới hạn phát hiện của hệ phổ kế alpha là 0,5 mBq.

Sau khi thu được diện tích đỉnh ^{209}Po và ^{210}Po (như ở Hình 2) của mẫu cơ và/hoặc khối gan tụy của vẹm xanh và trừ đi diện tích đỉnh ^{209}Po và ^{210}Po tương ứng của mẫu phong, tính hoạt độ của ^{210}Po trong các mẫu đo theo công thức (1.1):

$$A_{210Po} = A_{209Po} \cdot \frac{n_{210Po}}{n_{209Po} \cdot m} \quad (1.1)$$

trong đó:

A_{210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo (Bq/Kg)

A_{209Po} : hoạt độ của chất chuẩn ^{209}Po được sử dụng trong mẫu đo (Bq)

n_{210Po} : tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu đo đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu phong

n_{209Po} : tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{209}Po đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{209}Po của mẫu phong

m: khối lượng mẫu đo (Kg),

tính hoạt độ ^{210}Po trong mẫu vẹm xanh tại thời điểm thu mẫu theo công thức (1.2):

$$A_{0210Po} = \frac{A_{210Po}}{\ln \frac{2}{1 - \lambda t}} \quad (1.2)$$

trong đó:

A_{0210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu vẹm xanh tại thời điểm thu mẫu (Bq/Kg)

A_{210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo xong theo công thức (1.1) (Bq/Kg)

$\lambda = \frac{\ln 2}{T}$: hằng số phóng xạ (ngày⁻¹)

T: chu kỳ bán rã của ^{210}Po (ngày)

t: thời gian từ ngày thu mẫu đến ngày đo mẫu (ngày),

trong đó:

sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po (không tính sai số truyền của mẫu phong) được tính theo công thức (1.3):

$$\delta A_{210Po} = \sqrt{\left(\frac{\sqrt{\delta S_{209Po}}}{\delta S_{209Po}} \right)^2 + \left(\frac{\sqrt{\delta S_{210Po}}}{\delta S_{210Po}} \right)^2} \quad (1.3)$$

trong đó:

δA_{210Po} : sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po trong mẫu đo

δS : sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po , ^{209}Po tương ứng trong mẫu đo, và thời gian đo của từng mẫu được chọn để sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po và ^{209}Po tương ứng nhỏ hơn 10%, tốt hơn là nhỏ hơn 5%.

Kết quả hoạt độ phóng xạ ^{210}Po trong mô cơ và khối gan tụy của 20 nhóm cá thể mẫu vẹm xanh có tuổi khác nhau ở ví dụ 1 được thể hiện trong Bảng 1. Giá trị hoạt độ thấp nhất, lớn nhất và giá trị trung bình đối với mẫu mô cơ lần lượt là 32,6 Bq/Kg, 111 Bq/Kg và 80,8Bq/Kg; giá trị hoạt độ thấp nhất, lớn nhất và trung bình đối với mẫu khối gan tụy lần lượt là: 191Bq/Kg, 764Bq/Kg và 451Bq/Kg.

Bảng 1: Kết quả hoạt độ, tích lũy sinh học của các mẫu vẹm, cơ vẹm xanh sau khi tính toán

Tên mẫu	Tuổi của cá thể vẹm	Hoạt độ phóng xạ ^{210}Po (Bq/Kg)			Sai số	Tích lũy sinh học đối với mô cơ
		Mô cơ	Sai số	Khối gan tụy		
Mẫu nhóm cá thể vẹm 01	8,9	32,6	1,38	191	12,1	17,9
Mẫu nhóm cá thể vẹm 02	9,9	76,1	3,36	510	23,9	41,8
Mẫu nhóm cá thể vẹm 03	11,3	92,8	4,54	547	34,1	51,0
Mẫu nhóm cá thể vẹm 04	12,1	75,7	4,73	370	23,4	41,6
Mẫu nhóm cá thể vẹm 05	12,5	73,5	5,41	308	22,8	40,4
Mẫu nhóm cá thể vẹm 06	12,7	71,3	4,02	453	32,2	39,2
Mẫu nhóm cá thể vẹm 07	13,3	53,6	2,38	242	31,9	29,5
Mẫu nhóm cá thể vẹm 08	13,8	96,5	6,07	511	43,5	53,0
Mẫu nhóm cá thể vẹm 09	13,9	62,5	4,89	404	24,1	34,3
Mẫu nhóm cá thể vẹm 10	14,3	80,9	5,12	379	13,8	44,5
Mẫu nhóm cá thể vẹm 11	14,5	91,3	5,13	663	45,4	50,2

Mẫu nhóm cá thể vẹm 12	14,6	93,4	0,88	407	34,7	51,3
Mẫu nhóm cá thể vẹm 13	14,9	89,2	6,24	399	32,6	49,0
Mẫu nhóm cá thể vẹm 14	15,1	109	8,87	345	22,9	59,9
Mẫu nhóm cá thể vẹm 15	15,9	84,4	5,99	576	44,8	46,4
Mẫu nhóm cá thể vẹm 16	16,5	89,5	3,38	485	24,3	49,2
Mẫu nhóm cá thể vẹm 17	16,9	100	5,09	764	55,9	54,9
Mẫu nhóm cá thể vẹm 18	17	62,9	5,65	592	44,4	34,6
Mẫu nhóm cá thể vẹm 19	17,4	111	8,25	444	33,8	61,0
Mẫu nhóm cá thể vẹm 20	18,2	68,8	6,74	431	42,6	37,8
Hoạt độ trung bình	14,1	80,8		451		44,4
Hoạt độ Min	8,9	32,6		191		17,9
Hoạt độ Max	18,2	111		764		61,0

Giá trị hoạt độ trung bình đối với mẫu mô cơ và mẫu khối gan tụy cũng được thể hiện trên Hình 4.

So với một số loài, hoặc môi trường nước, trầm tích trong khu vực thì hoạt độ của ^{210}Po cao hơn nhiều về chỉ số (như được thể hiện trên Hình 5).

Giá trị tích lũy sinh học trung bình, nhỏ nhất và lớn nhất ở vẹm xanh lần lượt là: 44,4; 17,9 và 60,0. Mối tương quan giữa tích lũy sinh học với tuổi của vẹm xanh là mối tương quan thuận (Bảng 1), kết quả này đồng nghĩa với việc tuổi đời càng lớn, kích thước, khối lượng càng tăng thì đồng nghĩa với việc vẹm xanh càng tích lũy nhiều các chất ô nhiễm, cụ thể ở đây là đồng vị phóng xạ ^{210}Po . Bên cạnh đó, tuổi đời của vẹm xanh tương đối lớn, có thể đại diện cho một giai đoạn biến động môi trường phóng xạ biển. Do chu kỳ bán rã của ^{210}Po tương đối ngắn (138 ngày) nên mối tương quan giữa hoạt độ ^{210}Po trong vẹm xanh so với tuổi chỉ là mối tương quan thuận tương đối. Đây

cũng là một cơ sở để lựa chọn vẹm xanh làm đối tượng sinh học quan trắc đồng vị ^{210}Po môi trường biển.

Ví dụ 2: Đánh giá hiệu quả của phương pháp xác định hoạt độ của ^{210}Po sử dụng quy trình theo sáng chế

Các mẫu cơ vẹm xanh ở vùng biển Bình Thuận (được ký hiệu là M1, M2, M3) được chuẩn bị để tiến hành xác định đặc điểm hoạt độ ^{210}Po theo phương pháp thông thường và phương pháp theo quy trình của sáng chế. Kết quả xác định được thể hiện ở Bảng 2 dưới đây.

Bảng 2: Hoạt độ phóng xạ của ^{210}Po trong mẫu vẹm xanh

Tên mẫu (n=2)	Lượng mẫu (g)	^{210}Po (Bq/kg) (phương pháp thông thường)	Mức độ thu hồi chất chuẩn ^{209}Po %	^{210}Po (Bq/kg) (phương pháp của sáng chế)	Mức độ thu hồi chất chuẩn ^{209}Po %	^{210}Po (mBq/g) Sự khác biệt giữa hai phương pháp (%)
M1	3	10,8±0,7	85	10,9±0,8	83	2,3
M2	3	26,5±1,6	86	25,9±1,3	85	1,2
M3	3	85,6±2,5	89	88,1±1,6	91	2,2

- n=2: tức là mỗi mẫu được tiến hành hai lần

- Phương pháp thông thường: sử dụng cốc teflon, dùng kỹ thuật điện phân hoặc sắc ký khí.

Kết quả cho thấy sự khác biệt của phương pháp phân tích theo quy trình 5 bước của sáng chế này so với phương pháp thông thường là không đáng kể. Cụ thể, đối với phương pháp thông thường, tỷ lệ thu hồi chất đánh dấu ^{209}Po với 3 mẫu thử nghiệm lượt là 85, 86 và 89%. Trong khi đó, đối với phương pháp theo quy trình của sáng chế, các giá trị này lần lượt là 83, 85 và 89%. Sự khác biệt trung bình giữa hai phương pháp xác định hoạt độ ^{210}Po được ghi nhận là dưới 1,9%.

Ví dụ 3: Kiểm soát chất lượng quy trình xác định ^{210}Po

Quy trình đề xuất là quy trình đã có chất chuẩn nội là ^{209}Po được sử dụng song song với mẫu, do vậy mẫu đo được là luôn luôn được chuẩn và kiểm soát chất lượng trong từng mẫu đo. Tuy nhiên, để tăng thêm tính khách quan, việc kiểm soát chất lượng quy trình xác định ^{210}Po được thực hiện thêm bằng cách sử dụng mẫu có chất chuẩn (chất đánh dấu) ^{209}Po tham chiếu. Bởi cả hai đồng vị ^{209}Po và ^{210}Po đều là một nguyên tố với tính chất hóa học là như nhau. Do vậy trong các bước quy trình tách, làm giàu, hấp thụ, thì hiệu suất thu hồi hóa học chịu ảnh hưởng là như nhau. Điểm mạnh nữa là ^{209}Po có chu kỳ bán rã lớn hơn rất nhiều so với ^{210}Po (138 ngày) nên nó sẽ loại bỏ ảnh hưởng thăng dẳng do tự phân rã trong mẫu. Mẫu đo chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu được chuẩn bị và đo như mẫu cần phân tích được đề cập trong các bước từ 1 đến 5 nêu trên, nhưng ở bước 1 thay mẫu cần phân tích bằng mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu.

Phổ alpha của chất chuẩn ^{209}Po được thể hiện trên Hình 1. Trên phổ này chỉ có một đỉnh của ^{209}Po , cho thấy rằng phương pháp tách poloni và chuẩn bị nguồn phân tích theo quy trình của sáng chế cho kết quả rất tốt. Tương tự mẫu chuẩn kiểm soát chất

lượng bằng ^{209}Po thì mẫu phong cũng là mẫu trắng từ nước cất cũng được chuẩn bị tương tự như mẫu phong dùng trong quá trình đo mẫu cần phân tích. Kết quả mẫu phong cung cấp các số đọc cho các đỉnh tương ứng của ^{209}Po và ^{210}Po . Phong đóng góp từ hóa chất, quy trình, từ máy đo với số đếm phong được trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{209}Po là nhỏ hơn 0,5%.

Chất chuẩn (chất đánh dấu) có hoạt tính thấp 100,2 mBq được phân tích bằng cả phương pháp thông thường và phương pháp theo sáng chế, sự khác biệt giữa hai phương pháp được ghi nhận là 4,5%. Khi hoạt độ của dung dịch chất chuẩn (chất đánh dấu) được tăng lên 300,1 mBq, sự khác biệt được xác định là 5,3% (Bảng 3).

Bảng 3: Hiệu suất thu hồi của chất chuẩn ^{209}Po trong vật liệu

Mẫu chất chuẩn ($n=2$)	Hoạt độ (mBq)	^{209}Po phục hồi (mBq/l) (Phương pháp thông thường)	Hiệu suất thu hồi %	^{209}Po phục hồi (mBq/l) (Phương pháp của sáng chế)	Hiệu suất thu hồi %	^{209}Po (mBq/l) Sự khác biệt giữa hai phương pháp (%)
$^{209}\text{Po-1}$	100,2	$85,2 \pm 10$	85	$89,2 \pm 9$	89	4,5
$^{209}\text{Po-2}$	199,9	186 ± 18	93	182 ± 16	91	-2,2
$^{209}\text{Po-3}$	301,1	271 ± 23	90	286 ± 21	95	5,3

- $n=2$: tức là mỗi mẫu được tiến hành hai lần

- Phương pháp thông thường: sử dụng cốc teflon, dùng kỹ thuật điện phân hoặc sắc ký khí.

So với phương pháp thông thường mà sử dụng cốc teflon, dùng kỹ thuật điện phân hoặc sắc ký khí, phương pháp theo quy trình 5 bước của sáng chế có tỷ lệ thu hồi của chất chuẩn đánh dấu theo quan sát lên tới 95%. Thời gian đo của từng mẫu đảm bảo sai số tại các đỉnh ^{209}Po thấp hơn con số dự kiến (trong phương pháp thử nghiệm, nhỏ hơn 5%). Sự khác biệt khi sử dụng quy trình đánh giá chất lượng bằng chất chuẩn ^{209}Po được pha loãng vào dung dịch nước cất theo các hoạt độ khác nhau chỉ nằm trong khoảng 2,2-5,3%. Như vậy, có thể thấy rằng phương pháp sử dụng quy trình theo sáng chế không làm thay đổi về hiệu suất thu hồi poloni cũng như chất lượng phép đo. Kết quả phân tích đạt được độ tin cậy về chất lượng.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Đã xây dựng được quy trình tinh giản, tối ưu, hiệu quả, giảm thời gian, chi phí khi xác định, đánh giá tích lũy hoạt độ phóng xạ ^{210}Po trong mẫu quan trắc môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh.

Đã đưa ra được quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu vẹm xanh được tối ưu hóa bằng cách loại bỏ bước tách và tinh chế poloni sử dụng cột sắc ký với nhựa anion Dowex 1×8 100-200 mesh với chi phí đầu tư, thay thế lớn, thời gian tách kéo dài và đơn giản hóa bước lắng đọng tự phát đơn poloni trong dung dịch bằng việc không sử dụng cốc Teflon hoặc điện phân. Quy trình theo sáng chế được tối ưu hóa với việc sử dụng đĩa bạc có một mặt và cốc thủy tinh thông thường. Kết quả cho thấy quy trình xác định ^{210}Po được xây dựng đơn giản hơn, tốn ít thời gian hơn và giảm chi phí đáng kể nhưng vẫn đảm bảo tỷ lệ thu hồi poloni trên 80%, mặc dù nồng độ hoạt độ ^{210}Po trong mẫu môi trường thấp, tổng

lượng chất rắn hòa tan cao. Việc thu hồi hóa chất poloni bởi quy trình theo sáng chế là không khác biệt so với các phương pháp thông thường nêu trên. Quy trình theo sáng chế có thể áp dụng cho mọi mẫu môi trường khi đã đưa về trạng thái lỏng nói riêng và mẫu môi trường nói chung.

- Vẹm xanh là một đối tượng phù hợp dùng để quan trắc môi trường phóng xạ biển khi so sánh với các loại cá, hải sản hay loại hai mảnh vỏ khác do: vẹm xanh khá phổ biến ở nước ta, dọc theo các tỉnh ven biển từ Bắc vào Nam; vẹm xanh là loài hấp thụ nhiều nhất đồng vị phóng xạ ^{210}Po trong môi trường biển; tuổi đời của vẹm xanh tương đối lớn (khoảng 20 năm tuổi) có thể đại diện cho các giai đoạn biến động của môi trường phóng xạ biển (^{210}Po); và cuối cùng vẹm xanh có khả năng tích lũy sinh học tương đối tốt (tuổi càng lớn, nồng độ ^{210}Po tích lũy trong vẹm có xu hướng càng cao).

- Quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh có thể ứng dụng trong nghiên cứu môi trường phóng xạ của các đơn vị chức năng, trong nghiên cứu ở trường đại học, viện nghiên cứu, công ty hoạt động môi trường, giúp cho những nhà quản lý môi trường quan trắc, dự báo, đánh giá thực trạng môi trường phóng xạ các tỉnh ven biển, cũng như các nước có tiếp giáp với biển. Không chỉ vậy, lợi ích mang lại giúp nhà quản lý thực phẩm ứng dụng xác định hoạt độ phóng xạ ^{210}Po và đặt lại những quy chuẩn chất lượng cho các loài hải sản khi đánh giá đến mức độ nguy hại của đồng vị cực độc ^{210}Po . Kết quả chỉ ra rằng, nồng độ hoạt độ ^{210}Po trong khối gan tụy của vẹm xanh cũng như các loài hai mảnh vỏ khác là rất cao, do vậy không nên ăn những bộ phận này.

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình xác định ^{210}Po trong mẫu quan trắc sinh học môi trường phóng xạ ven biển sử dụng vẹm xanh (*Perna viridis*) bao gồm các bước:

- bước 1: chuẩn bị mẫu phân tích:

chuẩn bị mẫu cần phân tích bao gồm khối gan tụy và/hoặc mô cơ từ mẫu vẹm xanh,

cho chất chuẩn ^{209}Po với hoạt độ 100 mBq vào mẫu cần phân tích, trong đó tỷ lệ của chất chuẩn ^{209}Po với mẫu cần phân tích là 1g/(0,1-3g),

hoà tan hoàn toàn mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po nêu trên trong axit H_2SO_4 đậm đặc kết hợp nhỏ từ từ xúc tác H_2O_2 30% đến 50% theo nhiều lần, mỗi lần cách nhau 5-10 phút, trong đó:

tỷ lệ của axit H_2SO_4 với mẫu cần phân tích là (5-20mL)/(0,1-3g),

tổng tỷ lệ của xúc tác H_2O_2 với mẫu cần phân tích là tối đa 10mL/(0,1-3g),

và thể tích của xúc tác H_2O_2 được thêm mỗi lần được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 0,4-0,6mL,

gia nhiệt dung dịch mẫu nêu trên một hoặc nhiều lần ở nhiệt độ nằm trong khoảng 60-80°C, để tăng tốc độ hòa tan mẫu cần phân tích;

- bước 2: tạo đồng kết tủa:

pha loãng dung dịch mẫu thu được ở bước 1 bằng nước cất và thêm chất chỉ thị màu pH, trong đó sau khi pha loãng, dung dịch này được bổ sung dung dịch HNO_3 4-6M hoặc HCl 4-6M để tránh sự hình thành cặn, trong đó thể tích của dung dịch HNO_3 hoặc HCl được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 5-7mL,

điều chỉnh độ pH của dung dịch mẫu đến lớn hơn 9 bằng dung dịch NH_3 ,

tiếp tục thêm KMnO_4 0,3M và MnCl_2 0,3M, gia nhiệt kết hợp khuấy từ dung dịch mẫu ở nhiệt độ 75-85°C trong 25-35 phút, để tạo đồng kết tủa của poloni với MnO_2 trong dung dịch mẫu, trong đó thể tích của mỗi dung dịch KMnO_4 và MnCl_2 được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 3 - 5mL, và

giữ dung dịch mẫu nêu trên qua đêm trước khi tách chiết kết tủa;

- bước 3: tách chiết kết tủa poloni:

tách và rửa kết tủa khỏi chất lỏng của dung dịch mẫu nêu trên bằng nước cất sử dụng máy văng ly tâm với vận tốc 2500-3500 vòng/phút trong 5-10 phút, quá trình ly tâm tách, rửa kết tủa được tiến hành cho đến khi kết tủa đạt pH tự nhiên,

hoà tan lượng kết tủa thu được trong HCl 5 - 9M, trong đó thể tích của dung dịch HCl 5-9M được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 25-30mL, và sau đó dung dịch thu được được làm bay hơi cho đến khô ở nhiệt độ 75-85°C, và

hoà tan mẫu thu được sau khi làm bay hơi trong HCl 0,5 M, trong đó thể tích của

dung dịch HCl được lấy theo tỷ lệ tương ứng với khối lượng 0,1-3g của mẫu cần phân tích nêu trên là 25-35mL;

- bước 4: chuẩn bị nguồn phân tích:

bổ sung axit ascorbic ($C_6H_8O_6$) vào dung dịch mẫu thu được từ bước 3, để khử Fe^{3+} thành Fe^{2+} vì Fe^{3+} trong mẫu cản trở sự lắng đọng tự phát của poloni,

đặt đĩa bạc hình vuông ở đáy cốc thủy tinh thông thường, trong đó đĩa bạc có một mặt được dán bằng dính kỹ thuật, để giảm sự mất mẫu do hấp thụ trên mặt đĩa này và tăng hiệu suất thu hồi poloni ở mặt còn lại,

cho dung dịch mẫu đã bổ sung axit ascorbic vào cốc thủy tinh chứa đĩa bạc một mặt nêu trên và tiến hành đun nóng ở nhiệt độ $75-85^{\circ}C$ trong 3-4 giờ, để ^{210}Po trong dung dịch được lắng đọng tự động trên một mặt của đĩa bạc, và

thu đĩa bạc một mặt chứa ^{210}Po lắng đọng trên đó, rửa bằng nước cất và để khô ở nhiệt độ phòng qua đêm, thu được nguồn phân tích dùng cho phép đo ở bước 5; và

- bước 5: tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên nguồn phân tích (mẫu đo) bằng phương pháp quang phổ alpha, trong đó ở bước này:

mẫu phóng được chuẩn bị như mẫu cần phân tích được đề cập trong các bước từ 1 đến 4 nêu trên, nhưng thay mẫu cần phân tích bằng nước cất,

tiến hành phép đo phân tích ^{210}Po trên nguồn phân tích bằng hệ phổ kế alpha được trang bị đầu dò bán dẫn PIPS (Passivated Implanted Planar Silicon-Đầu dò Silic nuôi cấy ion thụ động),

tính hoạt độ của ^{210}Po trong các mẫu đo theo công thức (1.1):

$$A_{^{210}Po} = A_{^{209}Po} \cdot \frac{n_{^{210}Po}}{n_{^{209}Po} \cdot m} \quad (1.1)$$

trong đó:

$A_{^{210}Po}$: hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo (Bq/Kg)

$A_{^{209}Po}$: hoạt độ của chất chuẩn ^{209}Po được sử dụng trong mẫu đo (Bq)

$n_{^{210}Po}$: tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu đo đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{210}Po của mẫu phóng

$n_{^{209}Po}$: tốc độ đếm (số đếm/phút) tại diện tích đỉnh ^{209}Po đã trừ tốc độ đếm tại diện tích đỉnh ^{209}Po của mẫu phóng

m: khối lượng mẫu đo (Kg),

tính hoạt độ ^{210}Po trong mẫu vệt xanh tại thời điểm thu mẫu theo công thức (1.2):

$$A_{^{210}Po} = \frac{A_{^{210}Po}}{\ln \frac{2}{e^{-\lambda t}}} \quad (1.2)$$

trong đó:

$A_{0_{210Po}}$: hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu vệm xanh tại thời điểm thu mẫu (Bq/Kg)

A_{210Po} : hoạt độ của ^{210}Po trong mẫu đo tại thời điểm đo xong theo công thức (1.1)

(Bq/Kg)

$\lambda = \frac{\ln 2}{T}$: hằng số phóng xạ (ngày⁻¹)

T: chu kỳ bán rã của ^{210}Po (ngày)

t: thời gian từ ngày thu mẫu đến ngày đo mẫu (ngày),

trong đó:

sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po (không tính sai số truyền của mẫu phóng) được tính theo công thức (1.3):

$$\delta A_{^{210}Po} = \sqrt{\left(\frac{\sqrt{\delta S_{^{209}Po}}}{S_{^{209}Po}} \right)^2 + \left(\frac{\sqrt{\delta S_{^{210}Po}}}{S_{^{210}Po}} \right)^2} \quad (1.3)$$

trong đó:

$\delta A_{^{210}Po}$: sai số tuyệt đối của hoạt độ ^{210}Po trong mẫu đo

δS : sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po , ^{209}Po tương ứng trong mẫu đo, và thời gian đo của từng mẫu được chọn để sai số tốc độ đếm tại các đỉnh ^{210}Po và ^{209}Po tương ứng nhỏ hơn 10%, tốt hơn là nhỏ hơn 5%, và

kiểm soát chất lượng quy trình xác định ^{210}Po bằng cách sử dụng chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu, trong đó mẫu đo chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu được chuẩn bị và đo như mẫu cần phân tích được đề cập trong các bước từ 1 đến 5 nêu trên, nhưng ở bước 1 thay mẫu cần phân tích bằng mẫu chứa chất chuẩn ^{209}Po tham chiếu.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó ở bước 1, mẫu cần phân tích là khối gan tụy hoặc mô cơ từ mẫu vệm xanh.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ở bước 2, dung dịch mẫu sau khi bổ sung $KMnO_4$ và $MnCl_2$ được đun nóng kết hợp khuấy từ ở nhiệt độ khoảng 80°C trong khoảng 30 phút.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước 3, vận tốc của máy văng ly tâm được thiết đặt là 3000 vòng/phút trong 5 phút.

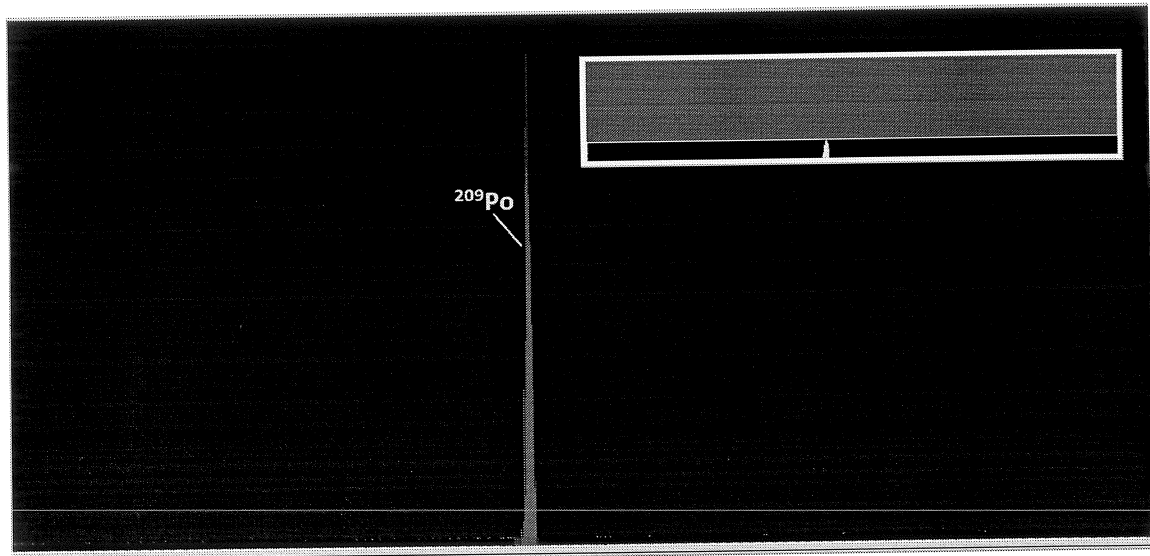
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước 3, việc làm bay hơi dung dịch cho đến khô được tiến hành ở nhiệt độ khoảng 80°C.

6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước 4, đĩa bạc có dạng hình vuông với kích thước tối thiểu 1x1cm tùy thuộc đầu dò được sử dụng, và có chiều dày 0,2-0,4cm.

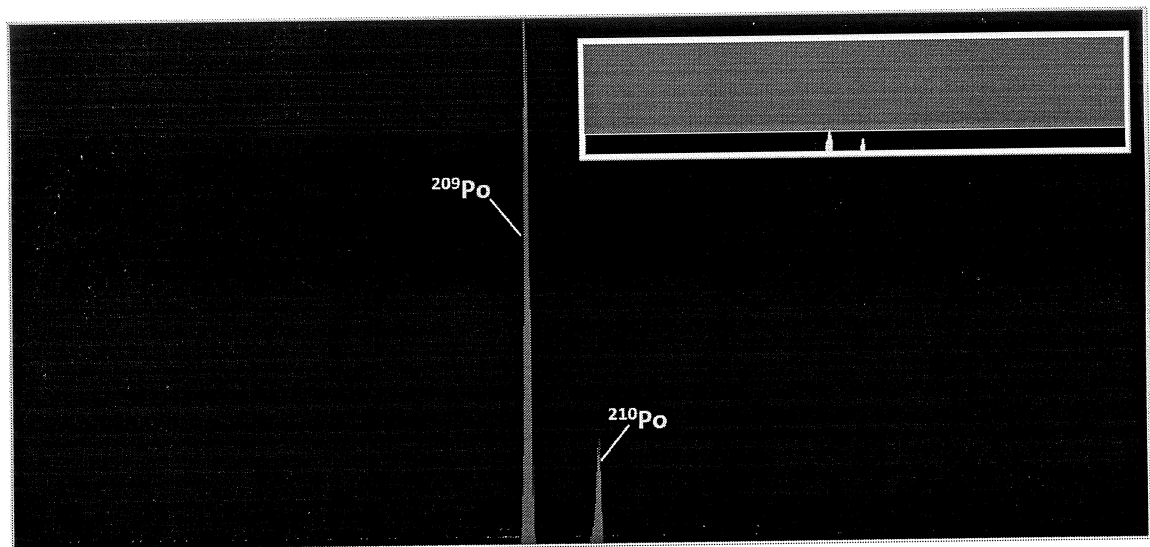
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước 4, dung dịch mẫu trong cốc thủy tinh được đun nóng ở nhiệt độ khoảng 80°C.

8. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ở bước 5, hệ phổ kế alpha đo các hạt alpha trong dải năng lượng từ 0 đến 10 MeV, độ phân giải năng lượng ≤ 20 keV (FWHM) với khoảng cách đặt trong 10 thang đo giữa đầu dò và nguồn phân tích (đĩa bạc vuông), độ phân giải 3 nA, hiệu suất đầu dò có thể đạt được 22% đối với khoảng cách từ đầu dò đến nguồn phân tích gần nhất, phong phóng xạ nền ≤ 1 số đếm/giờ dựa trên dải năng lượng 3 MeV.

1/3

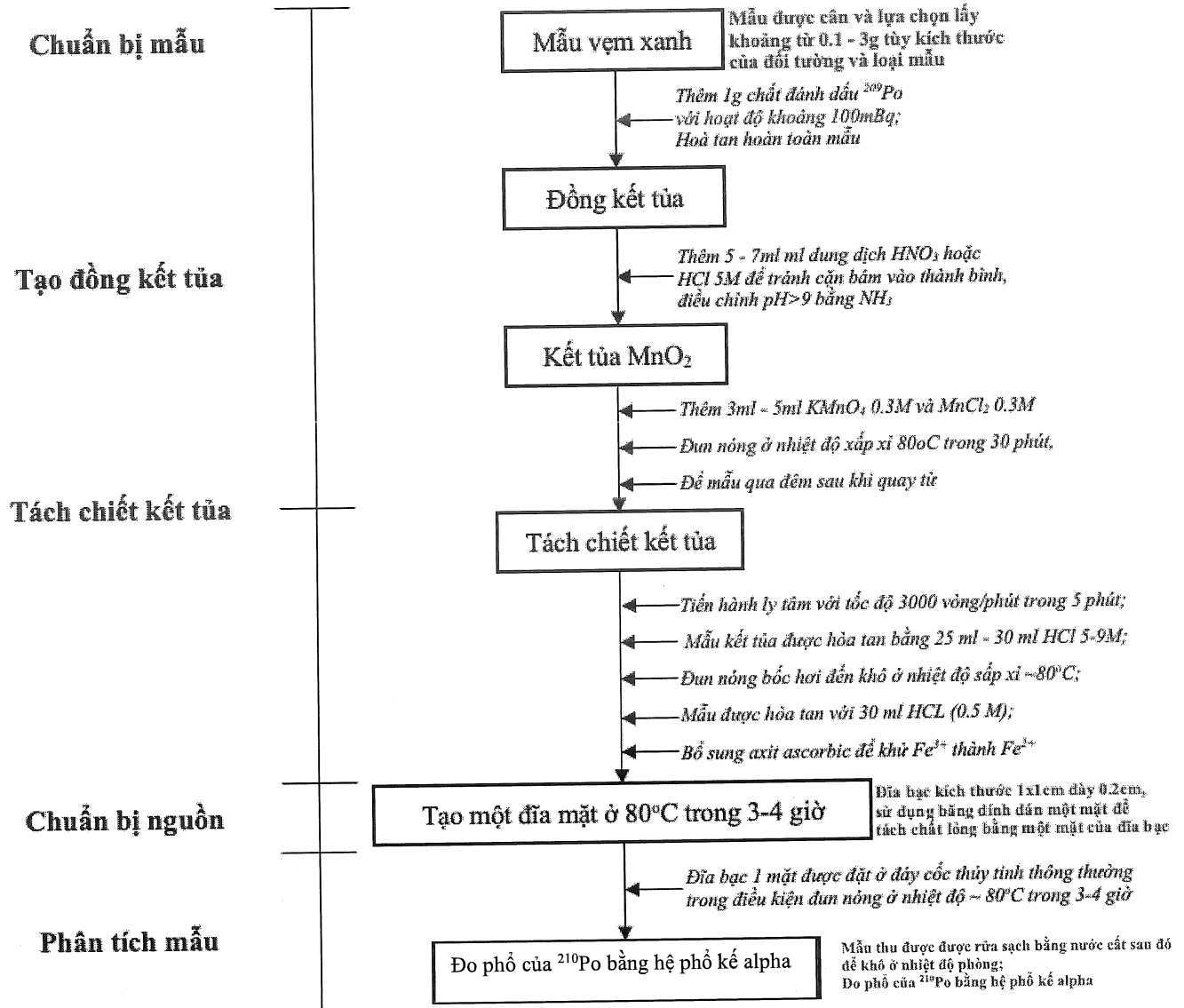


Hình 1



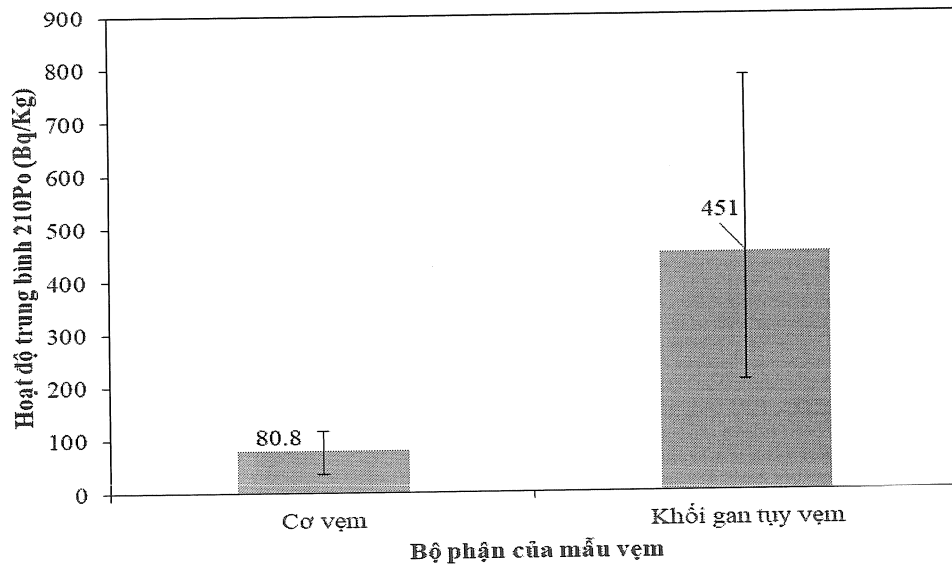
Hình 2

2/3

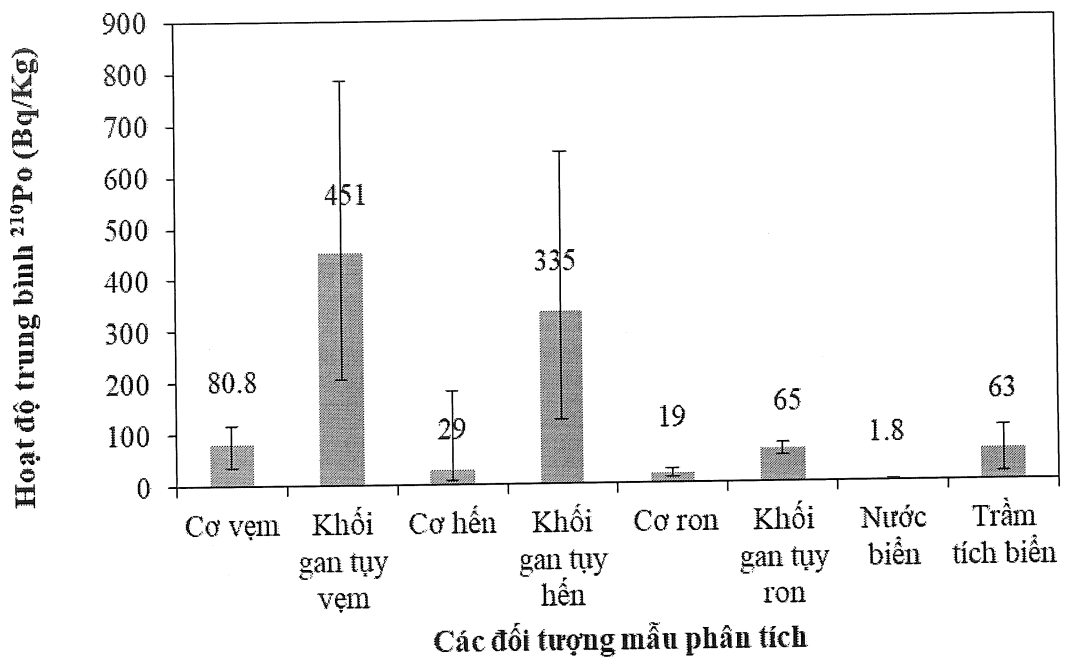


Hình 3

3/3



Hình 4



Hình 5