

**STANOVENÍ PLOŠNÉ (HMOTNOSTNÍ) AKTIVITY
RADIONUKLIDŮ V PŮDĚ POMOCÍ
SPEKTROMETRIE IN SITU, KVALITATIVNÍ
STANOVENÍ OBSAHU RADIONUKLIDŮ V OVZDUŠÍ**

Postup 2

OBSAH:

1. Přístroje, pomůcky a materiálové zajištění.....	3
1.1. Měřicí přístroje a další (zkušební) zařízení	3
1.2. Etalony.....	3
1.3. Ostatní pomůcky	3
2. Postup měření	3
2.1. Měření se scintilačním spektrometrem GR135, resp. GR130	3
2.2. Měření s detektorem zapojeným ve spektrometrické trase (polovodičové, scintilační)	5
2.3. Kvalitativní stanovení obsahu radionuklidů v ovzduší pomocí polovodičového detektoru	6
2.4. Kontrola účinnostní kalibrace GR135, resp. GR130 – postup.....	7
2.5. Kontrola účinnostní kalibrace detektorů se spektrometrickou trasou (polovodičové, scintilační) – postup.....	7
2.6. Vyjadřování výsledků	8
3. Odhad nejistot a minimální detekovatelné aktivity	8
4. Zajištění jakosti výsledků	9
5. Záznamy	9
6. Související literatura	10
7. Přílohy	10

1. Přístroje, pomůcky a materiálové zajištění

1.1. Měřicí přístroje a další (zkušební) zařízení

- příruční spektrometr záření gama GR135 miniSpec (Exploranium) s krystalem NaI(Tl) o objemu 65 cm³, resp. GR130 (Exploranium) s krystalem NaI(Tl) o objemu 70 cm³;
- spektrometrická trasa s polovodičovým detektorem (HPGe) nebo scintilačním detektorem (NaI(Tl), LaBr), sestávající z detektoru, mnohakanálového analyzátoru a vyhodnocovacího počítače s vyhodnocovacím software;
- přístroj pro určování zeměpisných souřadnic (GPS);
- délkové měřidlo (metr);
- osobní elektronický dozimetr.

1.2. Etalony

- ke kontrole energetické kalibrace:
 - etalon ¹³⁷Cs;
- ke kontrole účinnostní kalibrace:
 - bodový kalibrační etalon ¹³⁷Cs s platným certifikátem.

1.3. Ostatní pomůcky

- stojan;
- kalkulačka;
- OOPP (Tyvek/ Tychem, rukavice, rouška, návleky);
- psací potřeby;
- pevná podložka (s klipsem);
- Deník mobilní skupiny;
- náhradní baterie;
- PE sáčky;
- nástroje pro odběr vzorků půdy a porostu.

2. Postup měření

2.1. Měření se scintilačním spektrometrem GR135, resp. GR130

- 1) Při měření dodržovat veškeré zásady osobní ochrany tj. měřit v OOPP tam, kde je to relevantní, a mít nastaveny na osobních elektronických dozimetrech příslušné hodnoty alarmu (dávkový příkon 10 mikroSv/h a dávku 100 mikroSv).

- 2) Zapnout přístroj a zkontrolovat stav baterií. Jsou-li baterie vybité, vyměnit.
- 3) Zabalit detektor do PE sáčku.
- 4) Vybrat místo vhodné k měření, tj. místo:
 - nezastíněné stromy, keři nebo budovami,
 - pokud možno na rovině s travnatým povrchem;
 - půda v místě měření má být propustná pro vodu, ne však písčítá.
 - pokud není stanoveno jinak, jedná se vždy o neobdělávanou půdu.
- 5) Provést stabilizaci přístroje kalibračním etalonem, zaznamenat polohu píku ^{137}Cs do deníku MS. Etalon uložit do auta nejméně 5 metrů od místa měření.
- 6) Před provedením vlastního měření změřit dávkový příkon ve výšce **1m** nad terénem a zeměpisné souřadnice místa měření. Údaje zaznamenat do záznamu měření a deníku MS.
- 7) Detektor umístit na stojan tak, aby jeho střed byl ve vzdálenosti **1m** od povrchu země; délka měření se volí dle očekávané kontaminace (za obvyklé radiační situace dle možnosti detektoru **1200s – 3600s**; za radiační mimořádné situace obvykle **600s**).
- 8) Změřit spektrum.
- 9) Uložit spektrum do paměti GR135, resp. GR130.
- 10) Provést:
 - analýzu píků,
 - určit radionuklid s využitím knihovny píků,
 - odečíst plochu píku pomocí vnitřního software přístroje,
 - vypočítat plošnou resp. hmotnostní aktivitu (A) jako podíl plochy píku ($Area$) a součinu doby měření (T) a konverzního faktoru (K_{DET}) pro konkrétní detektor GR-130 resp. GR-135 uvedeného v Příloze 1 pro plošnou resp. hmotnostní aktivitu pomocí vztahu:

$$A = \frac{Area}{T \times K_{DET}}$$
 - Píky, jejich plochu, určené radionuklidy a jejich aktivity zaznamenat do záznamu měření a deníku MS.
- 11) Provést odběr vzorku.
 - Za **obvyklé** radiační situace: po změření se v dané lokalitě odebere vzorek půdy pro další upřesnění obsahu radionuklidů a vzorky se převezou do příslušné laboratoře k dalšímu měření [1].

- Za radiační **mimořádné** situace: vzorky půdy (pokud není KŠ SÚJB stanoveno jinak) se neodebírají.

2.2. Měření s detektorem zapojeným ve spektrometrické trase (polovodičové, scintilační)

- 1) Při měření dodržovat veškeré zásady osobní ochrany tj. měřit v OOPP tam, kde je to relevantní, a mít nastaveny na osobních elektronických dozimetrech příslušné hodnoty alarmu (dávkový příkon 10 mikroSv/h a dávku 100 mikroSv).
- 2) Zabalit detektor dávkového příkonu a všechny komponenty měřicí trasy do PE sáček (mimo kabelů a stojanu).
- 3) Vybrat místo vhodné k měření, tj.
 - nezastíněné stromy, keři nebo budovami,
 - pokud možno na rovině s travnatým povrchem;
 - půda v místě měření má být propustná pro vodu, ne však písčítá.
 - pokud není stanoveno jinak, jedná se vždy o neobdělávanou půdu.
- 4) Provést kontrolu energetické kalibrace pomocí kalibračního bodového etalonu ^{137}Cs . Etalon uložit do auta v dostatečné vzdálenosti od místa měření (nejméně 5 metrů nebo do přenosného olověného krytu).
- 5) Před provedením vlastního měření změřit dávkový příkon ve výšce **1m** nad terénem a zeměpisné souřadnice místa měření. Údaje zaznamenat do záznamu měření a deníku MS.
- 6) Detektor umístit na stojan čelem dolů tak, aby jeho čelo bylo ve vzdálenosti **1m** od povrchu země; délka měření se volí dle očekávané kontaminace a účinnosti detektoru (za obvyklé radiační situace **1200s – 3600s**; za radiační mimořádné situace obvykle **600s**).
- 7) Změřit spektrum.
- 8) Uložit spektrum do paměti notebooku nebo analyzátoru (má-li analyzátor dostatečnou paměť na uchování spekter).
- 9) Provést:
 - analýzu píků,
 - určit radionuklid s využitím knihovny píků,
 - odečíst plochu píku pomocí vnitřního software přístroje.
- 10) Výpočet plošných resp. hmotnostních aktivit (**A**) se provede jako podíl plochy píku (**Area**) a součinu doby měření (**T**) a konverzního faktoru (**K**);

$$A = \frac{Area}{T \times K}$$

Poznámka: Konverzní faktory jsou pro každý detektor jiné, je tedy nutné každý detektor zvlášť kalibrovat.

11) Píky, jejich plochu, určené radionuklidy a jejich aktivity zaznamenat do záznamu měření a deníku MS.

12) Provést odběr vzorku:

Za obvyklé radiační situace: po změření se v dané lokalitě odebere vzorek půdy pro další upřesnění obsahu radionuklidů a vzorky se předají do příslušné laboratoře k dalšímu měření prováděnému dle postupu pro odběr vzorků životního prostředí [1].

Za radiační mimořádné situace: vzorky půdy (pokud není KŠ SÚJB stanoveno jinak) se neodebírají.

2.3. Kvalitativní stanovení obsahu radionuklidů v ovzduší pomocí polovodičového detektoru

- 1) Při měření dodržovat veškeré zásady osobní ochrany tj. měřit v OOPP tam, kde je to relevantní, a mít nastaveny na osobních elektronických příslušné hodnoty alarmu (dávkový příkon 10 mikroSv/h a dávku 100 mikroSv).
- 2) Zabalit detektor dávkového příkonu a všechny komponenty měřící trasy do PE sáček (mimo kabelů a stojanu).
- 3) Vybrat místo vhodné k měření, tj. místo nezastíněné stromy, keři nebo budovami, pokud možno na rovině.
- 4) Provést kontrolu energetické kalibrace trasy pomocí etalonu ^{137}Cs . Etalon uložit v dostatečné vzdálenosti od místa měření (nejlépe do přenosného olověného krytu v autě).
- 5) Před provedením vlastního měření změřit dávkový příkon ve výšce **1m** nad terénem a zeměpisné souřadnice místa odběru. Údaje zaznamenat do záznamu měření a deníku MS.
- 6) Detektor umístit na stojan, přibližně **1m** od měřeného povrchu země.
- 7) Nastavit dobu měření, obvykle se volí **600s**.
- 8) Změřit spektrum.
- 9) Uložit spektrum do paměti notebooku nebo analyzátoru.
- 10) Provést:
 - analýzu píků,
 - určit radionuklid s využitím knihovny píků,

– odečíst plochu píku pomocí vnitřního software přístroje (aktivita se zde nestanovuje).

11) Píky, jejich plochu, určené radionuklidy a délku měření zaznamenat do záznamu měření a deníku MS.

2.4. Kontrola účinnostní kalibrace GR135, resp. GR130 – postup

- 1) Kontrola se provádí 1 × za rok.
- 2) Přístroj se umístí na stojan, **1m** nad zemí (měřeno od středu detektoru).
- 3) Kontrolní etalon ^{137}Cs s platným certifikátem se umístí na zem pod detektor, ve směru kolmice spuštěné k zemi osou detektoru.
- 4) Nabere se spektrum, doba měření se volí tak, aby čistá plocha píku totální absorpce byla minimálně **10 000 impulsů** (obvykle 1800s – 3600s).
- 5) Vypočítá se účinnost dle vzorce:

$$\mathbf{Eff} = \frac{Area}{T \times 0.852 \times A}$$

kde Eff účinnost pro ^{137}Cs

Area čistá plocha píku totální absorpce

T doba měření [s]

A aktivita etalonu ^{137}Cs přepočtená na datum a čas měření [Bq]

- 6) Bod 4) a 5) se 3x zopakuje a z výsledných účinností se spočítá průměr Eff_p
- 7) Vypočítá se poměr průměrné účinnosti Eff_p a referenční hodnoty (0,0000274):

$$\mathbf{P} = \frac{Eff_p}{0,0000274}$$

- 8) Výsledná hodnota poměru P se nesmí lišit od 1 o více než 25% (tj. $0,75 < P < 1,25$).
- 9) Pokud je P menší než 0,75 resp. větší než 1,25, nelze tento přístroj pro měření in situ použít.
- 10) Výsledek kontroly včetně naměřených hodnot, datum a podmínky kontroly se zapisuje do deníku MS.

2.5. Kontrola účinnostní kalibrace detektorů se spektrometrickou trasou (polovodičové, scintilační) – postup

- 1) Kontrola se provádí 1 × za rok.
- 2) Přístroj se umístí na stojan, čelo detektoru je **1m** nad zemí.
- 3) Kalibrační etalony ^{137}Cs (s platným certifikátem) se umístí na zem pod detektor.
- 4) Nabere se spektrum, doba měření se volí tak, aby čistá plocha píku totální absorpce byla minimálně **10 000 impulsů** v píku totální absorpce (obvykle 1800s – 3600s).

5) Vypočítá se účinnost pro tuto geometrii a tento radionuklid dle vzorce:

$$\mathbf{Eff}_{kontrola} = \frac{Area}{T \times \eta \times A}$$

- kde Eff účinnost pro ^{137}Cs
Area čistá plocha píku totální absorpce
T doba měření [s]
 η zastoupení pro danou energii (pro ^{137}Cs , energii 661.6 keV platí: $\eta = 0,852$)
A aktivita etalonu ^{137}Cs přepočtená na datum a čas měření [Bq]

6) Vypočítá se poměr naměřené účinnosti a referenční hodnoty ($\text{Eff}_{ref.}$):

$$\mathbf{P} = \frac{\mathbf{Eff}_{kontrola}}{\mathbf{Eff}_{ref}}$$

- 7) Výsledná hodnota poměru P se nesmí lišit od 1 o více než 10% (tj. $0,9 < P < 1,1$).
- 8) Pokud je P menší než 0,9 resp. větší než 1,1 nelze tento detektor pro měření in situ použít a musí se znovu provést kalibrace a ověření.
- 9) Výsledek kontroly včetně naměřených hodnot, datum a podmínky kontroly se zapisuje do deníku MS.

2.6. Vyjadřování výsledků

Plošná aktivita se vyjadřuje v jednotkách **Bq/m²** resp. násobcích této jednotky (kBq/m² apod.), hmotnostní aktivita pak v jednotkách **Bq/kg**. Podobně MDA se vyjadřuje v jednotkách **Bq/m²** resp. **Bq/kg**.

3. Odhad nejistot a minimální detekovatelné aktivity

Při odhadu celkové nejistoty výsledku je třeba uvažovat nejistoty různých parametrů (parametry popisující vlastnosti půdy – vlhkost, hustota atd., parametry detektoru, počet impulsů v píku úplné absorpce a poměr velikosti tohoto píku a pozadí a především hloubková distribuce měřeného radionuklidu v půdě), jejichž podrobnější rozbor stejně jako výpočet minimálně detekovatelných aktivit je uveden v [2].

Odhadnutá nejistota měření za předpokladu konkrétní hloubkové distribuce měřeného radionuklidu v půdě:

- pro scintilační detektor GR135 resp. GR130: $\pm 50\%$
pro spektrometrické trasy: $\pm 20\%$

Odhadnuté minimálně detekovatelné aktivity pro vybrané radionuklidy a tři nejčastěji uvažované typy hloubkové distribuce měřeného radionuklidu v půdě jsou pro přístroj GR130/GR135 uvedeny v Příloze 1.

4. Zajištění jakosti výsledků

Přístroje používané v rámci činnosti radiační monitorovací sítě jsou podrobovány pravidelné kalibraci a také ověřování podle zákona č. 505/1990 Sb., o metrologii a ve znění pozdějších předpisů. Zejména:

- a) správnost účinnostní kalibrace,
 - pro GR135, resp. GR130 se ověřuje při zavedení přístroje pomocí porovnání výsledků měření a spektrometrického (laboratorního) stanovení obsahu radionuklidů v půdě, která se odebírá hned po měření in situ. Mimo to se kalibrace kontroluje 1× ročně (nebo po opravě detektoru) pomocí porovnání účinnosti detektoru GR135, resp. GR130 pro bodový etalon ^{137}Cs (s platným certifikátem) (kap. 2.4),
 - pro spektrometrické trasy s polovodičovým resp. scintilačním detektorem se ověřuje při zavedení detektoru pomocí porovnání výsledků měření a spektrometrického (laboratorního) stanovení obsahu radionuklidů v půdě, která se odebírá hned po měření in situ. Mimo to se kontroluje 1x ročně (nebo po opravě či změně parametrů detektoru) pomocí bodového etalonu ^{137}Cs s platným certifikátem (kap. 2.5),
- b) energetická kalibrace
 - GR135, resp. GR130 se provádí při každém spuštění přístroje pomocí kalibračního zdroje ^{137}Cs („energetická stabilizace“),
 - spektrometrických tras s polovodičovým resp. scintilačním detektorem se provádí dle potřeby, minimálně před prvním měřením v daný den pomocí kalibračního etalonu ^{137}Cs , není-li to možné, provede se kalibrace na přírodní radionuklidy (především ^{40}K energie 1461keV nebo radionuklidy radiové řady – např. energii 609 keV).
- c) mobilní skupiny se pravidelně účastní rezortních, mezirezortních popř. mezinárodních porovnání, alespoň jednou za rok.

5. Záznamy

Deník MS: veškerá naměřená data a data týkající se měření a kontroly kalibrace se zaznamenávají do deníku MS, která měření provádí.

Archivace dat: archivuje se spektrum v elektronické podobě na archivačním médiu a výsledky měření v databázi MonRaS. Záznamy se uchovávají bez časového omezení, spektra se archivují alespoň na 2 nezávislých médiích (např. 2 CD).

Záznam měření: veškerá naměřená data a data týkající se měření se zaznamenávají do záznamu měření (Příloha 2). Výsledky měření se zaznamenají do databáze MonRaS. V případě nutnosti se data v papírové nebo elektronické formě předají na příslušné pracoviště dle pokynu KŠ resp. RKŠ k zaznamenání do ~~centrální~~ databáze MonRaS. Záznam je možné předat i elektronickou poštou.

Kopie záznamu měření a průvodky k odběru vzorku půdy s potvrzením laboratoře o převzetí originálů a vzorku půdy.

6. Související literatura

- [1] Postup MS3 – Odběr vzorků životního prostředí mobilními skupinami
- [2] Technická dokumentace k přístrojům

7. Přílohy

Příloha 1 - Tabulky konverzních faktorů K pro GR135 resp. GR130 a MDA

Příloha 2 - Záznam spektrometrického měření radionuklidů

Příloha 1
Tabulky konverzních faktorů K a MDA pro GR 130 a GR-135

Konverzní faktory K [$s^{-1}/Bq \cdot kg^{-1}$] pro vybrané přírodní radionuklidy (předpoklad homogenní distribuce těchto radionuklidů v půdě)

Nuklid		Energie [keV]	K
^{40}K		1461	0.001397
U - řada	^{214}Bi	609.3	0.00779
		1120.3	0.00221
		1764.5	0.00164
Th - řada	^{208}Tl	583.1	0.005427
		2614.5	0.002712

Konverzní faktory K [$s^{-1}/Bq \cdot m^{-2}$] resp. K [$s^{-1}/Bq \cdot kg^{-1}$] pro vybrané umělé radionuklidy

Nuklid	Energie [keV]	K		
		Povrch *) Havarijní situace	Exp**) běžná situace	Homogenní ***) staré kontaminace
Co 60	1172	4.012 E-4	1.292 E-4	0.01503
	1333	3.536 E-4	1.161 E-4	0.01391
I 131	365	5.695 E-4	1.530 E-4	-
Cs 137	662	5.050 E-4	1.509 E-4	0.01526

Předpoklad:

- *) veškerá aktivita je na povrchu; jednotka K je [$s^{-1}/Bq \cdot m^{-2}$] – havarijní situace
- **) radionuklid je rozložen v půdě do hloubky exponenciálně s relaxační délkou $z = 3$ cm; jednotka faktoru K je [$s^{-1}/Bq \cdot m^{-2}$] – běžná situace
- ***) radionuklid je v půdě rozmístěn do hloubky homogenně; jednotka faktoru K je [$s^{-1}/Bq \cdot kg^{-1}$] – staré kontaminace

MDA pro vybrané radionuklidy (za použití jejich nejvhodnější energetické linie) určené z reálného spektra měřeného GR-130 v terénu (1 m nad zemí pro dvě různé měřící doby T)

Nuklid	Energie [keV]	MDA (T=1200s)			MDA (T=3600s)		
		Povrch*) [Bq/m ²]	Exp**) [Bq/m ²]	Homog.***) [Bq/kg]	Povrch*) [Bq/m ²]	Exp**) [Bq/m ²]	Homog.***) [Bq/kg]
U ^{****)}	1120	-	-	31	-	-	18
¹³¹ I	365	414	1541	-	233	866	-
¹³⁷ Cs	662	356	1191	12	204	682	7
⁶⁰ Co	1173	168	522	4	271	826	2
	1332	91	282	7	86	263	2

Předpoklad:

- *) veškerá aktivita je na povrchu – havarijní situace
- **) radionuklid je rozložen v půdě exponenciálně s relaxační délkou z=3cm – běžná situace
- ***) radionuklid je v půdě rozložen homogenně – staré kontaminace
- ****) jedná se o radionuklidy radiové řady za předpokladu rovnováhy

Příloha 2

Záznam spektrometrického měření radionuklidů – in situ

Provedl: _____ Číslo nebo kód MS: _____

Datum: _____ Čas: _____

Místo měření: _____

GPS: SŠ _____ VD _____ Výška: _____ m.n.m.

Dávkový příkon v 1 m: _____ [mikroSv/h] GR-130

Doba měření: _____ [s] Typ přístroje: GR-135

Název spektra: _____ jiný: _____

Radionuklid	Energie [keV]	Přepočtový koeficient	Plocha (imp)	Aktivita	Jednotka
⁴⁰ K	1461	0.001397			Bq/kg
¹³¹ I	364	5.695 E-4			kBq/m ²
¹³⁷ Cs	662	5.050 E-4			kBq/m ²
					kBq/m ²
					kBq/m ²
					kBq/m ²
					kBq/m ²
					kBq/m ²
					kBq/m ²

Vzorek půdy odebrán: Ne Ano _____
(označení vzorku)

Předal: _____
(Jméno osoby odpovědné za měření, výpočet a předání, podpis) (datum)

Převzal: _____
(Jméno přebírající osoby, podpis)

Měření bylo provedeno v rámci plnění úkolů MS dle Vyhl