

METODIKA STANOVENÍ SOUČINITELE DIFÚZE RADONU V IZOLAČNÍCH MATERIÁLECH

CERTIFIKOVANÁ METODIKA

Vypracoval:

Doc. Ing. Martin Jiránek, CSc.

ČVUT v Praze, Fakulta stavební

Doc. Dr. Ing. Zbyněk Svoboda

Mgr. Aleš Froňka

Státní ústav radiační ochrany, v.v.i.

Ing. Kateřina Navrátilová Rovenská

Metodika byla vypracována v rámci projektu VaV 10/2006 (Vývoj a aplikace měřicích a diagnostických metod a metodik pro hodnocení ozáření osob přírodními zdroji záření v objektech).

Oponent:

Ing. Jaroslav Slovák

Státní úřad pro jadernou bezpečnost

RNDr. Lenka Thinová

**Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská
ČVUT v Praze**

Praha, 2013

OBSAH

Cíl metodiky.....	3
2 Normativní odkazy	3
3 Definice, značky a jednotky.....	3
3.1 Definice	3
3.2 Značky a jednotky.....	5
4 Podstata zkoušky	5
5 Zkušební zařízení.....	6
5.1 Součásti zkušebního zařízení.....	6
5.2 Zkušební sestava.....	6
6 Zkušební metody	8
6.1 Metoda A – stanovení součinitele difúze radonu za nestacionárních podmínek	8
6.2 Metoda B – stanovení součinitele difúze radonu za stacionárních podmínek	9
6.3 Metoda C – stanovení součinitele difúze radonu za stacionárních podmínek dosažených při ventilované akumulární komoře	9
7 Vlastní metodický postup	10
7.1 Příprava vzorků.....	10
7.2 Osazení vzorků do zkušebního zařízení.....	11
7.3 Zkouška úniku radonu z akumulární komory	11
7.4 Postup stanovení součinitele difúze radonu podle metody A.....	11
7.5 Postup stanovení součinitele difúze radonu podle metody B.....	12
7.6 Postup stanovení součinitele difúze radonu podle metody C.....	13
7.7 Základní požadavky na provádění zkoušky	13
8 Ovlivňující faktory	15
9 Vyjádření výsledků měření a stanovení standardní nejistoty.....	16
10 Řízení kvality a kalibrace zkušebního zařízení	16
11 Protokol o zkoušce.....	17
Novost postupu.....	18
Uplatnění Certifikované metodiky	20
Literatura.....	21
Seznam publikací, které metodice předcházely	21

CÍL METODIKY

Tento metodický postup stanovuje požadavky na metody pro stanovení součinitele difúze radonu v hydroizolačních materiálech ve formě pásů, fólií, stěrek nebo nátěrů, u nichž difúze radonu nezávisí na pórovitosti a vlhkosti.

2 NORMATIVNÍ ODKAZY

V této metodice jsou na příslušných místech textu odkazy na normy uvedené níže. Těmito odkazy se níže citované normy stávají součástí této metodiky. U datovaných odkazů na normy se případné pozdější změny nebo revize kterékoliv z citovaných norem týkají této metodiky jen tehdy, byly-li do ní včleněny změnou nebo revizí. U nedatovaných odkazů na normy platí vždy nejnovější vydání citované normy.

ISO 31-9:1992, *Veličiny a jednotky. Část 9: Atomová a jaderná fyzika*

ISO 31-9:1992, *Veličiny a jednotky. Část 10: Jaderné reakce a ionizující záření*

ISO 11929, *Determination of characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and applications*

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*.

3 DEFINICE, ZNAČKY A JEDNOTKY

Pro účely této metodiky se zavádí následující definice, značky a jednotky.

3.1 Definice

3.1.1

difúzní délka l : veličina, vyjadřující vzdálenost, na které klesne objemová aktivita radonu šířeného difúzí e-krát. Je definována následujícím vztahem:

$$l = (D/\lambda)^{1/2} \quad (1)$$

kde l je difúzní délka [m]

D je součinitel difúze radonu [m^2/s];

λ je přeměnová konstanta radonu [$1/\text{s}$].

3.1.2

rychlost plošné emise radonu E : hustota toku radonu z jednotkové plochy materiálu za jednotku času

Pro účely této metodiky se bere v úvahu pouze transport difúzí, kdy je hustota toku radonu úměrná gradientu OAR podle Fickova zákona:

$$E = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (2)$$

kde E je rychlost plošné emise radonu [$\text{Bq}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$]

D je součinitel difúze radonu [m^2/s];

C je objemová aktivita radonu [Bq/m^3];

x je vzdálenost od povrchu vzorku vystaveného zdrojové komoře [m].

3.1.3

nestacionární difúze radonu: časově závislá (neustálená) difúze radonu vzorkem v časovém úseku, kdy se mění rozložení objemové aktivity radonu v tloušťce vzorku (v závislosti na čase, vzdálenosti od exponovaného povrchu a OAR ve zdrojové komoře) a kdy se zároveň mění i rychlost plošné emise radonu z povrchu izolace do akumulární komory; toto nastává v časovém úseku, v němž se mění objemová aktivita radonu ve zdrojové komoře, a v časovém úseku bezprostředně následujícím po ustálení OAR ve zdrojové komoře; jednorozměrná neustálená difúze radonu je popsána parciální diferenciální rovnicí:

$$D \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} - \lambda \cdot C = \frac{\partial C}{\partial t} \quad (3)$$

kde D je součinitel difúze radonu [m^2/s];

C je objemová aktivita radonu ve vzorku [Bq/m^3];

λ je přeměnová konstanta radonu [$1/\text{s}$];

x je vzdálenost od povrchu vzorku vystaveného radonu ve zdrojové komoře [m];

t je čas [s].

3.1.4

stacionární difúze radonu: časově nezávislá (ustálená) difúze radonu vzorkem; během stacionární difúze se rozložení objemové aktivity radonu v tloušťce vzorku a v důsledku toho i rychlost plošné emise radonu z povrchu izolace do akumulární komory v čase nemění; jednorozměrná ustálená difúze radonu je popsána diferenciální rovnicí:

$$D \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} - \lambda \cdot C = 0 \quad (4)$$

kde D je součinitel difúze radonu [m^2/s];

C je objemová aktivita radonu ve vzorku [Bq/m^3];

λ je přeměnová konstanta radonu [$1/\text{s}$];

x je vzdálenost od povrchu vzorku vystaveného radonu ve zdrojové komoře [m];

3.1.5

směrodatné měření OAR: měření časových průběhů objemových aktivit radonu ve zdrojové a akumulární komoře sloužící k výpočtu součinitele difúze radonu; doba směrodatného měření může být kratší nebo stejná jako doba trvání zkoušky;

3.1.6

minimální doba směrodatného měření v neustáleném stavu: taková doba v rámci směrodatného měření OAR ve zdrojové a akumulární komoře v neustáleném stavu, která zajistí, že nejistota stanovení součinitele difúze radonu bude nižší než $\pm 20\%$, podrobnosti jsou stanoveny v 7.7;

3.1.7

minimální doba směrodatného měření v ustáleném stavu: taková doba v rámci směrodatného měření OAR ve zdrojové a akumulární komoře v ustáleném stavu, která zajistí, že nejistota stanovení součinitele difúze radonu bude nižší než $\pm 20\%$, podrobnosti uvedeny v 7.5 až 7.7;

3.1.8

minimální objemová aktivita radonu ve zdrojové komoře: taková OAR ve zdrojové komoře, která pro konkrétní vzorek charakterizovaný podílem d/l zajistí, že nejistota stanovení součinitele difúze radonu bude nižší než $\pm 10\%$;

3.2 Značky a jednotky

Značka	Význam	Jednotka
C	OAR (objemová aktivita radonu)	[Bq/m ³]
C_s	OAR na povrchu vzorku	[Bq/m ³]
C_a	OAR ve zdrojové nebo akumulární komoře měřicího zařízení	[Bq/m ³]
C_{rc}	OAR v akumulární komoře	[Bq/m ³]
C_{sc}	OAR ve zdrojové komoře	[Bq/m ³]
λ	přeměnová konstanta radonu	[2,1.10 ⁻⁶ s ⁻¹]
λ_v	intenzita výměny vzduchu v akumulární komoře	[s ⁻¹]
S_s	plocha vzorku	[m ²]
E	rychlost plošné emise radonu do akumulární komory	[Bq/(m ² .s)]
V	objem akumulární komory	[m ³]
D	součinitel difúze radonu testovaného vzorku	[m ² /s]
l	difúzní délka radonu ve vzorku	[m]
d	tloušťka izolace	[m]
h	součinitel přestupu radonu ze vzorku do vzduchu	[0,1 m/s]
x	vzdálenost od povrchu vzorku vystaveného zdrojové komoře	[m]
t	čas	[s]
Δt	délka časového úseku mezi t_{i-1} a t_i	[s]
i	index	[-]

4 PODSTATA ZKOUŠKY

Vzorek zkoumaného materiálu se s co možná největší těsností umístí mezi zdrojovou komoru a akumulární komoru. Ve zdrojové komoře je prostřednictvím certifikovaného zdroje radonu udržována vysoká objemová aktivita radonu na úrovni řádově 1 – 100 MBq/m³. Radon difundující izolací ze zdrojové komory je v akumulární komoře detekován. OAR může být v obou komorách měřena jak pomocí jednorázových odběrů vzorků vzduchu, tak pomocí kontinuálních měřicích metod. Z časových záznamů OAR ve zdrojové a v akumulární komoře, plochy zkoumaného vzorku a jeho tloušťky se pak vhodným matematickým postupem vypočítá vlastní součinitel difúze radonu.

5 ZKUŠEBNÍ ZAŘÍZENÍ

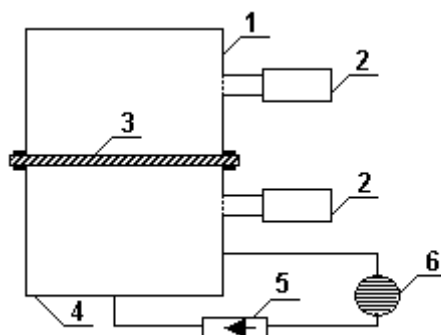
5.1 Součásti zkušebního zařízení

Zkušební zařízení pro stanovení součinitele difúze radonu v hydroizolačních materiálech se sestává z následujících součástí:

1. alespoň dvě plynotěsné zkušební komory (zdrojová a akumulční) o objemu minimálně $5 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$, pokud budou k měření OAR použity jednorázové odběry, musí být objem komory alespoň 10krát větší než celkový objem z ní odebraných vzorků vzduchu, vyrobené z kovového materiálu (např. hliník, nerez atd.) o tloušťce stěny alespoň $5 \cdot 10^{-4} \text{ m}$; každá komora je vybavena zkušební plochou o velikosti nejméně $0,005 \text{ m}^2$, která je po obvodu opatřena přírubou pro uchycení zkušebních vzorků o minimální šířce 10 mm; konstrukce přírub musí být taková, aby byl vyloučen průnik radonu ze zdrojové komory do akumulční komory; každá komora musí být dále vybavena příslušným počtem ventilů sloužících k vyvětrání komor, kontrolním odběrům vzorků vzduchu, stanovení tlakového rozdílu mezi komorami a připojení certifikovaného zdroje radonu;
2. měřidlo způsobilé stanovit tloušťku zkušebního vzorku s přesností $\pm 0,01 \text{ mm}$ (maximální standardní relativní nejistota stanovení 5 % u tlouštěk nad 1 mm a 10 % u tlouštěk menších než 1 mm);
3. certifikovaný zdroj radonu, který je schopen vytvořit ve zdrojové komoře objemovou aktivitu radonu na úrovni řádově 1 – 100 MBq/m³;
4. těsné průtokové čerpadlo s rozsahem průtoků vzduchu od 0,1 – 0,5 dm³/min, zapojené u některých měřicích metod v uzavřeném okruhu se zdrojem radonu a se zdrojovou komorou;
5. zařízení pro stanovení objemové aktivity radonu v akumulční komoře se standardní relativní nejistotou stanovení do 20 % a s dynamickým měřicím rozsahem řádově 500 Bq/m³ až 400 kBq/m³;
6. zařízení pro stanovení objemové aktivity radonu ve zdrojové komoře se standardní relativní nejistotou stanovení do 20 % a s dynamickým měřicím rozsahem řádově 10 kBq/m³ až 50 MBq/m³;
7. zařízení pro stanovení tlakové difference mezi tlakem vzduchu ve zdrojové komoře a v akumulční komoře se standardní relativní nejistotou stanovení do 20 % a s dynamickým měřicím rozsahem 1 Pa až 150 Pa;
8. vhodné snímače a záznamový systém umožňující nepřetržitý záznam teploty a relativní vlhkosti vzduchu, atmosférického tlaku a objemové aktivity radonu v místě instalace zkušebního zařízení.

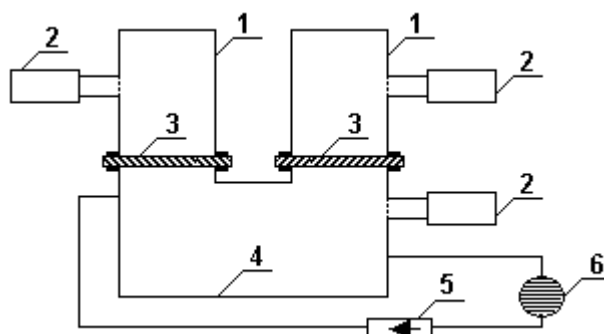
5.2 Zkušební sestava

Zkušební zařízení může být v nejjednodušším případě tvořeno jednou zdrojovou a jednou akumulční komorou a zdrojem radonu připojeným ke zdrojové komoře (Obr. 1). Pro změření více vzorků za stejných podmínek je výhodné používat zkušební zařízení obsahující více akumulčních komor osazených na jednu zdrojovou komoru (Obr. 2) nebo sestavy dvojic komor (zdrojová + akumulční) připojených ke zdroji radonu v paralelním okruhu (Obr. 3) nebo navzájem propojených prostřednictvím zdrojových komor v sériovém okruhu spolu se zdrojem.



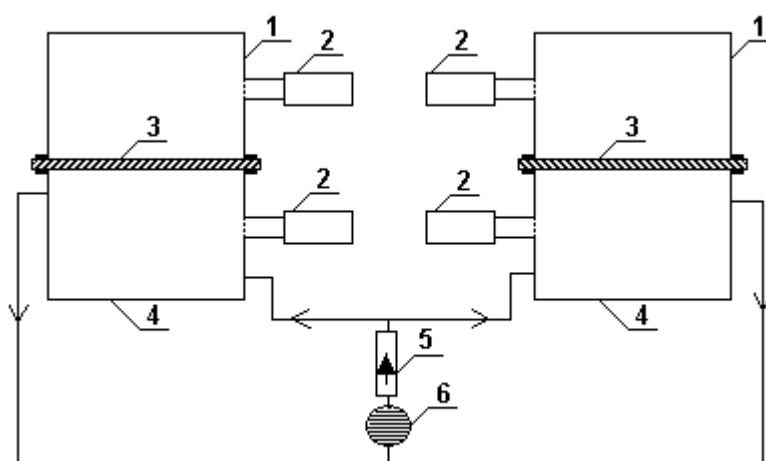
Obr. 1. Měřicí systém obsahující jednu zdrojovou a jednu akumulární komoru

Vysvětlivky. 1 – akumulární komora, 2 – detektor radonu, 3 – měřený vzorek, 4 – zdrojová komora, 5 – průtokové čerpadlo, 6 - zdroj radonu



Obr. 2. Měřicí systém sestávající ze dvou akumulárních komor osazených na jednu zdrojovou komoru

Vysvětlivky. 1 – akumulární komora, 2 – detektor radonu, 3 – měřený vzorek, 4 – zdrojová komora, 5 – průtokové čerpadlo, 6 - zdroj radonu



Obr. 3. Měřicí systém sestávající ze dvou dvojic komor připojených ke zdroji v paralelním okruhu

Vysvětlivky. 1 – akumulární komora, 2 – detektor radonu, 3 – měřený vzorek, 4 – zdrojová komora, 5 – průtokové čerpadlo, 6 - zdroj radonu

Připojení zdroje ke zdrojové komoře a vzájemné propojení zdrojových komor se uskutečňuje prostřednictvím hadiček minimálně propouštějících radon.

Radon může být ze zdroje transportován do zdrojové komory buď jen pouhou difúzí, nebo nuceně s použitím čerpadla. Použije-li se k transportu radonu ze zdroje do zdrojové komory průtokové čerpadlo, musí být zdroj, zdrojová komora i čerpadlo v jednom uzavřeném okruhu. Použití čerpadla není možné, pokud je difúze radonu zkoušeným materiálem ovlivňována tlakovou diferencí mezi zdrojovou a akumulací komorou.

Je-li zkušební zařízení tvořeno sestavou dvojic komor, mohou být v jednom okruhu ke společnému zdroji připojeny maximálně čtyři dvojice. V okruhu musí být zapojeno průtokové čerpadlo. V jednom okruhu lze najednou zkoušet pouze vzorky stejného materiálu o tloušťkách nelišících se více než dvojnásobně.

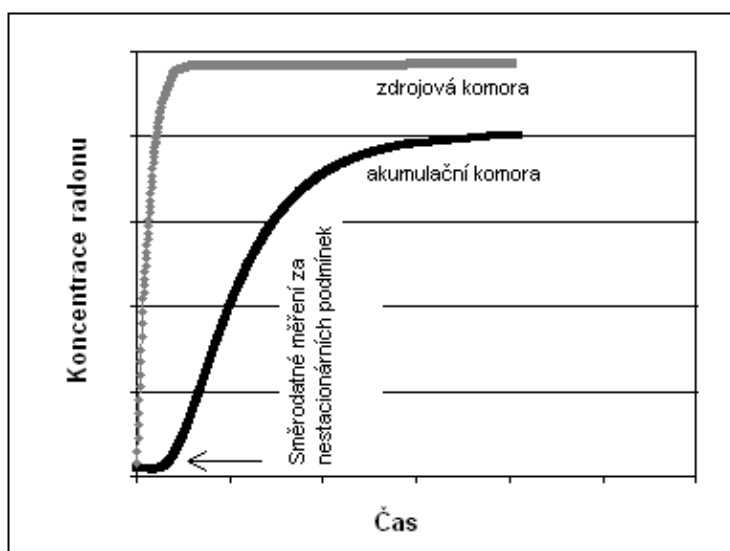
Obsahuje-li zkušební zařízení více akumulacích komor osazených na jednu zdrojovou komoru, lze v tomto zařízení najednou zkoušet pouze vzorky stejného materiálu o tloušťkách nelišících se více než dvojnásobně.

6 ZKUŠEBNÍ METODY

V závislosti na měřicím systému, metodě vzorkování OAR a podle vlastností zkoušeného výrobku, zejména tloušťky a předpokládané hodnoty součinitele difúze radonu, se volí zkušební postup podle jedné z následujících metod. Metody A a B jsou vhodné pro kontinuální monitorování OAR ve zdrojové a akumulací komoře, metoda C je vhodná pro jednorázové odběry vzorků vzduchu. Metoda A je jedinou metodou, kterou lze použít, pokud není možné dosáhnout stacionární difúze radonu vzorkem. Metodě B zpravidla předchází metoda A. Metoda C zajišťuje nejvyšší plošnou emisi radonu ze vzorku a měla by být použita vždy, kdy se očekává velmi nízký součinitel difúze radonu. Výpočet součinitele difúze radonu podle metod A, B a C vyžaduje numerické řešení rovnice (3). Lineární část nárůstové křivky získaná metodou B a C umožňuje použití analytického řešení dle rovnice (4), pokud jsou dodrženy podmínky stanovené v 7.5 resp. 7.6.

6.1 Metoda A – stanovení součinitele difúze radonu za nestacionárních podmínek

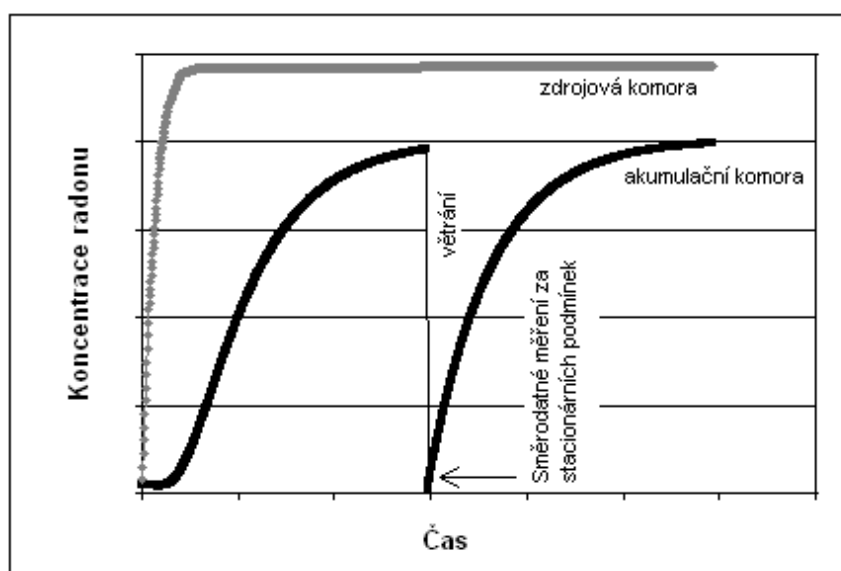
Po osazení vzorku mezi zdrojovou a akumulací komorou a uzavření obou komor je radon vpuštěn do zdrojové komory. V tomto okamžiku začíná pro účely výpočtu součinitele difúze radonu směrodatné měření OAR v akumulací a zdrojové komoře (Obr. 4).



Obr. 4. Princip stanovení součinitele difúze radonu podle metody A

6.2 Metoda B – stanovení součinitele difúze radonu za stacionárních podmínek

Po osazení vzorku mezi zdrojovou a akumulací komoru a uzavření obou komor je radon vpuštěn do zdrojové komory. Monitoruje se průběh objemové aktivity radonu v obou komorách. Po dosažení stacionární difúze radonu vzorkem (čas pro dosažení stacionární difúze radonu vzorkem může být stanoven podle Obr. 7) se akumulací komora intenzivně vyvětrá tak, aby v ní OAR poklesla pod předem určenou hodnotu (minimálně pod 1 kBq/m^3). Po vyvětrání a opětovném uzavření akumulací komory začíná pro účely výpočtu součinitele difúze radonu směrodatné měření objemové aktivity radonu v akumulací a zdrojové komoře (Obr. 5).

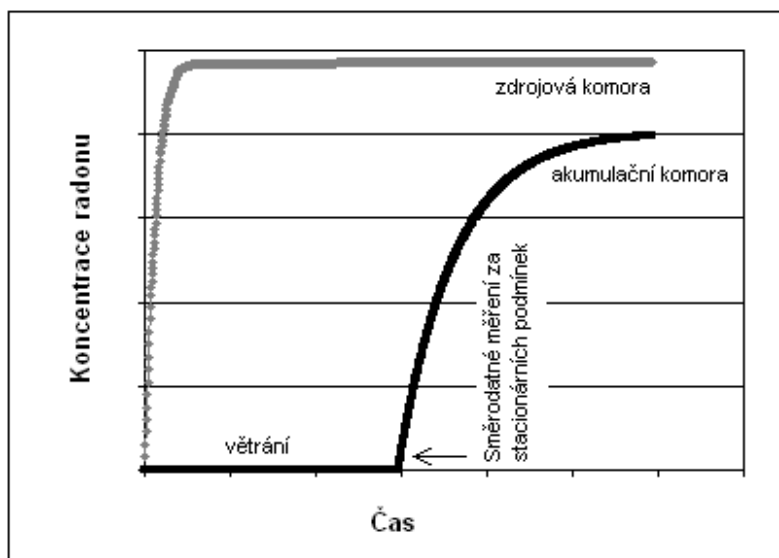


Obr. 5. Princip stanovení součinitele difúze radonu podle metody B

6.3 Metoda C – stanovení součinitele difúze radonu za stacionárních podmínek dosažených při ventilované akumulací komoře

Po osazení vzorku mezi zdrojovou a akumulací komoru je radon vpuštěn do zdrojové komory a monitoruje se průběh objemové aktivity radonu v obou komorách. V akumulací komoře se ventilací udržuje OAR pod předem určenou hodnotou, která musí být menší než 1 kBq/m^3 . Po

dosažení stacionární difúze radonu vzorkem (čas pro dosažení stacionární difúze radonu vzorkem může být stanoven podle Obr. 7) se ventilace akumulární komory ukončí a komora se uzavře. V tomto okamžiku začíná pro účely výpočtu součinitele difúze radonu směrodatné měření objemové aktivity radonu v akumulární a zdrojové komoře (Obr. 6).



Obr. 6. Princip stanovení součinitele difúze radonu podle metody C

7 VLASTNÍ METODICKÝ POSTUP

7.1 Příprava vzorků

Průměr zkušební vzorku nebo strana pravoúhlého zkušební vzorku musí být minimálně pětinásobkem jeho tloušťky. Účinná plocha vzorku (plocha vystavená působení radonu) musí být nejméně $0,005 \text{ m}^2$.

Vzorky z prefabrikovaných pásů (fólií) se odebírají minimálně 100 mm od okraje pásu (fólie). Zkouší se nejméně 2 vzorky.

V případě nátěrových a stěrkových hmot a tmelů se vyrobí a následně vyzkouší minimálně 4 vzorky. Vzorky lze nanášet na nesavou podložku např. z mikrotenu nebo celofánu. Podložka se volí tak, aby nereagovala s izolační hmotou a aby ji bylo možné po vytvrzení izolační hmoty sejmout. Přibližně konstantní tloušťky vzorků lze dosáhnout pomocí nanášecího pravítka nebo vodících lišt. Vzorky nesmí být zkoušeny dříve, než je proces vysychání a tvrdnutí dokončen. Doba mezi výrobou vzorků a počátkem měření včetně skladovacích podmínek musí odpovídat doporučení výrobce.

Tloušťka každého vzorku se měří s přesností $0,01 \text{ mm}$ na čtyřech místech na každých $0,05 \text{ m}^2$ stejnoměrně rozmístěných po obvodu vzorku. Výsledná tloušťka každého vzorku je aritmetickým průměrem z měření provedených na daném vzorku. Pokud je součástí zkoušeného výrobku povrchová úprava, která neplní izolační funkci a jejíž součinitel difúze je řádově větší než vlastního izolačního materiálu (např. geotextilie, ochranná pěnová vrstva), nezapočítává se tloušťka této povrchové úpravy do tloušťky testovaného vzorku. Takovéto opláštění může být ze vzorku před zkouškou odstraněno. Je-li součástí výrobku kovová fólie, považuje se za tloušťku vzorku pro účely výpočtu součinitele difúze radonu pouze tloušťka kovové fólie bez ohledu na ostatní vrstvy výrobku.

Je-li účelem zkoušky ověření těsnosti spoje prefabrikovaných materiálů (pásů nebo fólií), musí účinný rozměr vzorku ve směru kolmém k podélné ose spoje přesahovat z každé strany šířku spoje alespoň o 20 mm. Tloušťka vzorků se spojením odpovídá tloušťce samotného materiálu. Je-li prodyšná povrchová úprava výrobku (viz výše) součástí spoje, nesmí být ze zkušebního vzorku odstraněna.

7.2 Osazení vzorků do zkušebního zařízení

Pokud je zkoušený materiál v tloušťce nehomogenní (vrstvený, s různou povrchovou úpravou), umísťuje se jeho vzorek do zkušebního přístroje v takové poloze, aby difúzní tok radonu prostupoval zkušebním vzorkem ve směru odpovídajícím zamýšlenému použití výrobku. Přiléhá-li v této poloze prodyšná povrchová úprava vzorku k akumulární komoře, musí být odstraněna, aby se předešlo úniku radonu povrchovou úpravou z akumulární komory.

Zkušební vzorek se umísťuje mezi příruby obou komor opatřené trvale pružným tmelem. Tmel nesmí po dobu zkoušky podléhat fyzikálním nebo chemickým změnám a nesmí způsobovat fyzikální nebo chemické narušení vzorku. Pokud není vzorek samonosný (např. tenké nátěry nebo modifikované asfaltové stěrky bez výztužné vložky, které se vlivem vlastní hmotnosti mohou deformovat), umístí se na samonosnou síťovinu (mřížku), která spočívá na podtmelených přírubách zdrojové komory. Mřížka podpírá zkušební vzorek během celého průběhu zkoušky. Konstrukce mřížky musí být taková, aby její vliv na velikost exponované plochy vzorku byl zanedbatelný.

7.3 Zkouška úniku radonu z akumulární komory

Po instalaci zkušebního vzorku mezi zdrojovou a akumulární komoru se ještě před zahájením zkoušky stanoví těsnost akumulární komory. Do akumulární komory se prostřednictvím uzavíratelného ventilu jednorázově vpraví vysoká objemová aktivita radonu a ventil se uzavře. Z odchylky poklesu OAR od přeměnového zákona se stanoví násobnost výměny vzduchu v akumulární komoře (do úbytku objemové aktivity radonu v akumulární komoře musí být zahrnut i úbytek radonu způsobený prostupem přes izolaci). Je-li vzorek osazen těsně, musí být násobnost výměny vzduchu menší než je polovina přeměnové konstanty radonu, tj. $0,00378 \text{ h}^{-1}$.

Těsnící schopnosti různých tmelů a vlastní těsnost akumulární komory mohou být ověřeny obdobným způsobem. Místo vzorku izolačního materiálu se použije plech z oceli nebo jiného kovu.

7.4 Postup stanovení součinitele difúze radonu podle metody A

Po osazení vzorku do zkušebního přístroje a vpuštění radonu do zdrojové komory se zahájí směrodatné měření objemové aktivity radonu prováděné současně ve zdrojové a akumulární komoře. První odečet OAR musí být uskutečněn nejpozději do 1 hodiny po vpuštění radonu do zdrojové komory. Časový interval mezi následujícími záznamy OAR nesmí prvních 5 dnů směrodatného měření překročit 6 hodin a v dalších dnech pak 12 hodin. Doba směrodatného měření musí být delší, než je minimální doba měření v nestacionárním stavu podle Obr. 7.

Objemová aktivita radonu ve zdrojové komoře musí být alespoň po 2/3 doby směrodatného měření vyšší než je minimální objemová aktivita radonu podle Obr. 8.

Součinitel difúze radonu se stanoví iteračním postupem, založeným na opakovaném numerickém řešení rovnice (3), při kterém se součinitel difúze radonu bere jako parametr výpočtu. Během tohoto výpočtu se postupně, s dostatečně malým krokem, mění hodnota

součinitele difúze radonu od odhadnuté spodní meze po odhadnutou horní mez. Hledaný součinitel difúze radonu umožní získat takové numerické řešení rovnice (3), pro které vypočtený průběh objemové aktivity radonu v akumulární komoře vykazuje minimální odchylku od naměřené křivky.

V numerickém řešení rovnice (3) se zohledňují časově proměnné okrajové podmínky na obou površích vzorku podle vztahu:

$$-D \frac{\partial C}{\partial x} = h \cdot (C_s - C_a) \quad (6)$$

kde h je součinitel přestupu radonu ze vzorku do vzduchu [m/s]

C_s je OAR na povrchu vzorku [Bq/m³]

C_a je OAR ve vzduchu působícím na daný povrch vzorku [Bq/m³] (jde o OAR ve zdrojové komoře měřicího přístroje, resp. o OAR v akumulární komoře měřicího systému)

Objemová aktivita radonu ve zdrojové komoře C_{sc} se ve výpočtu vždy uvažuje shodně s naměřenými hodnotami. OAR v akumulární komoře $C_{rc,0}$ se na počátku výpočtu v čase $t = 0$ uvažuje shodně s naměřenou hodnotou OAR pro tento časový okamžik. V následujících časových krocích numerického řešení se OAR v akumulární komoře mění podle vztahu:

$$C_{rc,i} = C_{rc,i-1} \cdot e^{-(\lambda + \lambda_v) \cdot \Delta t} + \frac{E_{rc,i-1} \cdot S_s}{V \cdot (\lambda + \lambda_v)} \cdot (1 - e^{-(\lambda + \lambda_v) \cdot \Delta t}) \quad (7)$$

kde $C_{rc,i}$ je OAR v akumulární komoře v čase t_i [Bq/m³]

$C_{rc,i-1}$ je OAR v akumulární komoře v čase t_{i-1} [Bq/m³]

λ_v je násobnost výměny vzduchu v akumulární komoře [s⁻¹]

Δt je délka uvažovaného časového intervalu mezi časem t_{i-1} a t_i [s]

S_s je plocha vzorku [m²]

V je objem akumulární komory měřicího přístroje [m³]

$E_{rc,i-1}$ je difúzní tok radonu ze vzorku do akumulární komory v čase t_{i-1} [Bq/(m²·s)]

Ke stanovení součinitele difúze radonu podle metody A nelze použít žádné řešení rovnice (4) popisující difúzi radonu v ustáleném stavu.

7.5 Postup stanovení součinitele difúze radonu podle metody B

Po osazení vzorku do zkušebního přístroje a vpuštění radonu do zdrojové komory se zaznamenávají objemové aktivity radonu současně ve zdrojové a akumulární komoře v časovém intervalu ne delším než 12 hodin. Po dosažení stacionární difúze radonu vzorkem se akumulární komora intenzivně vyvětrá tak, aby v ní OAR poklesla na předem určenou hodnotu (minimálně pod 1 kBq/m³), která se zvolí v závislosti na podmínkách měření, použitých detekčních principech a odpovídajících minimálních detekčních limitech. V průběhu ventilace nesmí být narušena rovnovážná úroveň OAR ve zdrojové komoře. Po vyvětrání a opětovném uzavření akumulární komory začíná pro účely výpočtu součinitele difúze radonu směrodatné měření objemové aktivity radonu prováděné současně v akumulární a zdrojové komoře. První odečet OAR musí být uskutečněn nejdéle do 10 minut po uzavření akumulární komory. Časový interval mezi následujícími záznamy OAR a délka směrodatného měření závisí na zvoleném matematickém postupu výpočtu součinitele difúze radonu.

Je-li použit matematický postup popsáný u metody A, nesmí časový interval mezi následujícími záznamy OAR překročit 6 hodin a délka směrodatného měření musí být minimálně 72 hodin. Numerické řešení musí přitom zohlednit i proces syčení vzorku radonem před vyvětráním akumulární komory a nelze ho omezit pouze na časový úsek směrodatného měření. Před spuštěním iteračního procesu řešícího časový úsek směrodatného měření musí teoretické rozložení OAR ve vzorku odpovídat objemovým aktivitám ve zdrojové a akumulární komoře dosaženým před vyvětráním akumulární komory. Teprve poté je možno povrch vzorku v akumulární komoře zatížit okrajovou podmínkou s $C_{rc,0}$ odpovídající OAR změřené v akumulární komoře po jejím vyvětrání.

Je-li nárůst OAR v akumulární komoře po jejím vyvětrání a uzavření lineární, lze pro stanovení součinitele difúze radonu použít i analytické řešení rovnice (4) s okrajovými podmínkami odpovídajícími skutečnosti. Při tomto postupu musí být OAR v akumulární komoře zaznamenána alespoň 2 krát s časovým krokem ne delším než 1 hodina.

Objemová aktivita radonu ve zdrojové komoře musí být po celou dobu směrodatného měření ve stacionárním stavu a zároveň musí být vyšší, než je minimální objemová aktivita radonu podle Obr. 8.

7.6 Postup stanovení součinitele difúze radonu podle metody C

Po osazení vzorku do zkušebního přístroje a vpuštění radonu do zdrojové komory se zaznamenávají OAR současně ve zdrojové a akumulární komoře. V akumulární komoře se ventilací udržuje OAR pod předem určenou hodnotu (minimálně pod 1 kBq/m^3), která se zvolí v závislosti na podmínkách měření, použitých detekčních principech a odpovídajících minimálních detekčních limitech. Po dosažení stacionární difúze radonu vzorkem se ventilace akumulární komory ukončí a komora se uzavře. V tomto okamžiku začíná pro účely výpočtu součinitele difúze radonu směrodatné měření OAR prováděné současně v akumulární a zdrojové komoře. První odečet OAR musí být uskutečněn nejdéle do 10 minut po uzavření akumulární komory. Časový interval mezi následujícími záznamy OAR a délka směrodatného měření závisí na zvoleném matematickém postupu výpočtu součinitele difúze radonu.

Je-li použit matematický postup popsáný u metody A, nesmí časový interval mezi následujícími záznamy OAR překročit 6 hodin a délka směrodatného měření musí být minimálně 72 hodin. Numerické řešení musí přitom zohlednit i proces syčení vzorku radonem v průběhu větrání akumulární komory a nelze ho omezit pouze na časový úsek směrodatného měření. Před spuštěním iteračního procesu řešícího časový úsek směrodatného měření, musí teoretické rozložení OAR ve vzorku odpovídat objemovým aktivitám ve zdrojové a akumulární komoře $C_{rc,0}$ dosaženým před uzavřením akumulární komory.

Je-li nárůst OAR v akumulární komoře po jejím vyvětrání a uzavření lineární, lze pro stanovení součinitele difúze radonu použít i analytické řešení rovnice (4) s okrajovými podmínkami odpovídajícími skutečnosti. Při tomto postupu musí být OAR v akumulární komoře zaznamenána alespoň 2 krát s časovým krokem ne delším než 1 hodina.

Objemová aktivita radonu ve zdrojové komoře musí být po celou dobu směrodatného měření ve stacionárním stavu a zároveň musí být vyšší, než je minimální objemová aktivita radonu podle Obr. 8.

7.7 Základní požadavky na provádění zkoušky

Měření podle kterékoli z popsáných metod musí být prováděno za stabilních laboratorních podmínek popsáných teplotou okolního vzduchu v místě, kde je měření prováděno, $25^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ a relativní vlhkostí okolního vzduchu v rozmezí 20% až 70%.

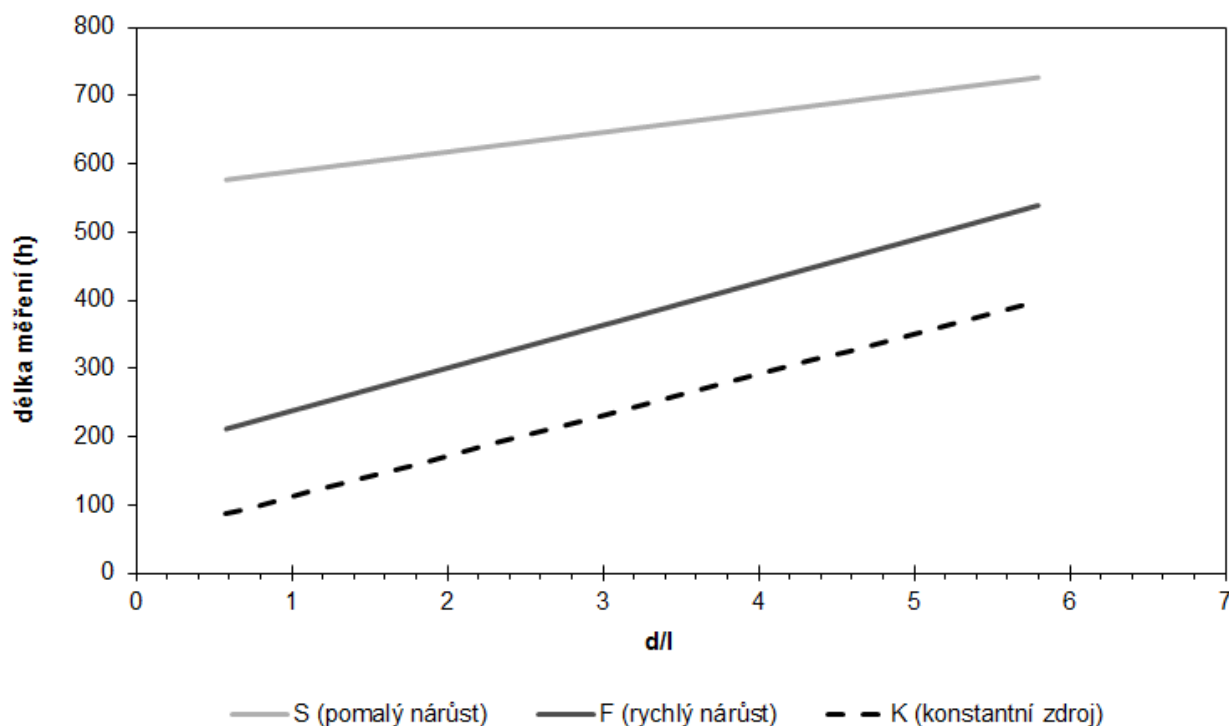
Při použití čerpadla se pro každé typické uspořádání měřicího systému zkontroluje tlaková diference mezi zdrojovou a akumulací komorou na začátku a na konci směrodatného měření. Tlaková diference nesmí být vyšší jak 5 Pa.

Minimální doba směrodatného měření v neustáleném stavu (podle metody A) se určí v závislosti na poměru d/l (tloušťka vzorku dělená předpokládanou difúzní délkou) a rychlosti nárůstu OAR ve zdrojové komoře podle Obr. 7. Difúzní délka se odhadne na základě předchozích měření vzorků obdobného chemického složení [1]. V případě, že není chemické složení známé, minimální doba směrodatného měření musí být nejméně 400 h. Pro potřeby metod B a C se doba potřebná pro dosažení ustáleného stavu určí podle Obr. 7.

Minimální doba směrodatného měření v ustáleném stavu podle metod B a C se určí v závislosti na použitém matematickém postupu stanovení součinitele difúze radonu. Podrobnosti jsou uvedeny v 7.5 a 7.6.

Graf na Obr. 7 byl sestaven za následujících předpokladů: OAR v akumulací komoře dosáhne během časového intervalu 800 h alespoň hodnoty 1000 Bq/m^3 , intenzita výměny vzduchu v akumulací komoře je nižší než je přeměnová konstanta radonu a poměr S_s/V je cca $0,07 \text{ cm}^{-1}$.

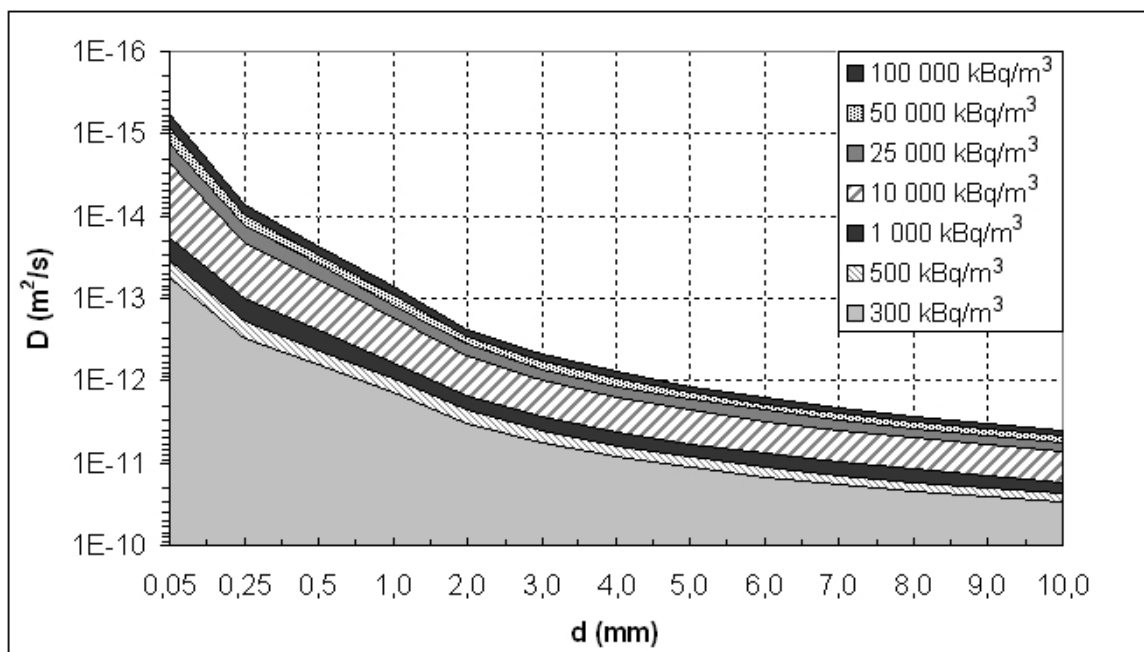
Křivka S se použije pro pomalý nárůst OAR ve zdrojové komoře (rovnováha je ve zdrojové komoře dosažena v čase $t = 700 \text{ h}$ po vpuštění radonu do zdrojové komory), křivka F pro rychlý nárůst OAR ve zdrojové komoře (rovnováha je ve zdrojové komoře dosažena v čase $t = 200 \text{ h}$ po vpuštění radonu do zdrojové komory) a křivka K pro případ, kdy je vzorek vystaven rovnovážné (konstantní) OAR ve zdrojové komoře.



Obr. 7. Minimální doba směrodatného měření v neustáleném stavu

Minimální hodnota OAR ve zdrojové komoře se určí v závislosti na tloušťce vzorku a předpokládané hodnotě součinitele difúze radonu podle Obr. 8. Difuzní délka se odhadne na základě předchozích měření vzorků obdobného chemického složení [1].

Podmínky pro sestavení Obr. 8 jsou totožné jako pro Obr. 7.



Obr. 8. Minimální objemová aktivita radonu ve zdrojové komoře

8 OVLIVŇUJÍCÍ FAKTORY

Zvláštní pozornost musí být věnována monitorování vybraných faktorů, které mohou ovlivnit výsledky měření jednotlivých parametrů vstupujících do výpočtu součinitele difúze radonu v testovaném materiálu.

Hlavními ovlivňujícími faktory jsou:

- tlaková diference mezi zdrojovou komorou a akumulací komorou;
- teplota vzduchu v místě instalace zkušebního zařízení;
- relativní vlhkost vzduchu v místě instalace zkušebního zařízení;
- atmosférický tlak v místě instalace zkušebního zařízení;
- přítomnost zdrojů záření α , β a γ v místě instalace zkušebního zařízení, které nejsou předmětem stanovení v rámci zkušebního postupu (α , β a γ záření mohou ovlivnit odezvu některých detektorů, a proto musí být jejich úroveň monitorována a odezva popřípadě upravena);
- ostatní faktory, které mohou ovlivnit přesnost přístrojů používaných pro měření.

Je doporučeno zabezpečit experimentální podmínky stanovení tak, aby vliv žádného z ovlivňujících faktorů neindukoval variabilitu výsledku stanovení více než $\pm 25\%$.

9 VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ MĚŘENÍ A STANOVENÍ STANDARDNÍ NEJISTOTY

Charakteristické limity měření objemové aktivity radonu se stanoví pro jednotlivé detekční metody v souladu s dokumentem ISO 11929:2010.

Nejistoty stanovení objemové aktivity radonu se odvodí podle dokumentu *Guide to the expression of uncertainty in measurement* publikovaného jako ISO/IEC Guide 98:1995.

Objem akumulární komory V zkušebního zařízení musí být stanoven s maximální standardní relativní nejistotou 1 %. Účinná plocha vzorku S_s musí být stanovena s maximální standardní relativní nejistotou 1 %. Tloušťka vzorku d musí být stanovena s maximální standardní relativní nejistotou 5 %.

Kombinovaná standardní nejistota stanovení objemové aktivity radonu ve zdrojové a akumulární komoře zahrnující dílčí nejistoty stanovení faktorů ovlivňujících OAR musí být menší než 20 %.

Násobnost výměny vzduchu v akumulární komoře λ_v se určí v závislosti na vlastnostech testovaného materiálu a způsobu jeho osazení v měřicím zařízení postupem podle 7.3.

Kombinovaná standardní nejistota stanovení součinitele difúze radonu v testovaném izolačním materiálu zahrnující dílčí nejistoty jednotlivých parametrů vstupujících do výpočtu (jako například objemová aktivita radonu, tloušťka vzorku, plocha vzorku, atd.) a nejistotu použitého výpočetního postupu musí být menší než 25 %. Kombinovaná nejistota stanovení součinitele difúze radonu se uvede v protokolu o zkoušce.

Je-li stanovená hodnota součinitele difúze radonu ve vzorku 3krát menší, než s jakou bylo uvažováno při určení minimální délky směrodatného měření podle Obr. 7 a minimální objemové aktivity radonu ve zdrojové komoře podle Obr. 8, musí se měření zopakovat s délkou měření a OAR ve zdrojové komoře upravenou podle stanoveného součinitele difúze.

10 ŘÍZENÍ KVALITY A KALIBRACE ZKUŠEBNÍHO ZAŘÍZENÍ

Metrologická návaznost měřicího zařízení musí být zajištěna kalibračními stanoveními objemové aktivity radonu v referenční atmosféře se známou úrovní objemové aktivity radonu realizované v autorizovaném metrologickém středisku nebo laboratoři. Měřicí systém může být předmětem srovnávacího měření na národní nebo mezinárodní úrovni.

11 PROTOKOL O ZKOUŠCE

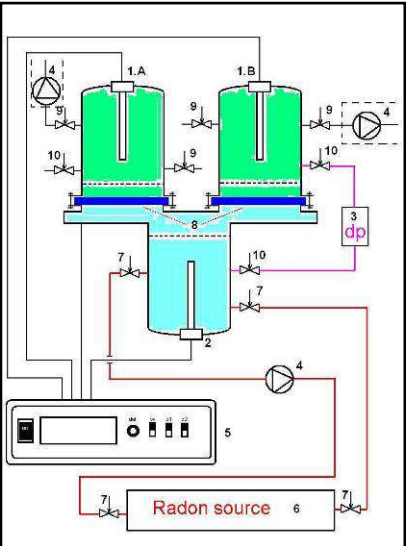
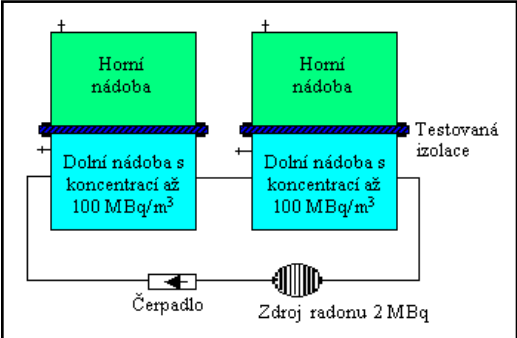


Protokol o zkoušce musí obsahovat následující údaje:

1. odkaz na tuto metodiku
2. identifikaci zkoušeného výrobku (název, výrobce, materiálové složení, rok výroby vzorku)
3. údaje o přípravě vzorků (plocha, tloušťka), popis spojů (způsob spojení, šířka spoje), informace o tom, zda byl vzorek připraven ve zkušební laboratoři nebo zákazníkem, pokud byl připraven v laboratoři, potom také dobu od výroby vzorku do začátku měření, popis skladovacích podmínek atd.
4. identifikace zkušební metody (metoda A, B nebo C)
5. uspořádání zkoušky
6. všechny odchylky od běžného postupu, které by mohly ovlivnit výsledek zkoušky
7. informace o použitém měřicím zařízení
8. dosažená OAR ve zdrojové komoře
9. doba zkoušky (směrodatného měření)
10. informace o laboratorních podmínkách v průběhu zkoušky (teplota a vlhkost vzduchu)
11. výsledná hodnota součinitele difúze radonu (m^2/s) a difúzní délky (m) včetně kombinované nejistoty stanovení ve formě „výsledná hodnota \pm nejistota stanovení“
12. identifikace zkušební laboratoře
13. datum provedení zkoušky

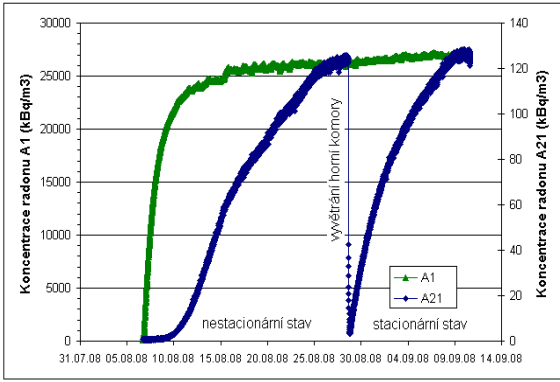
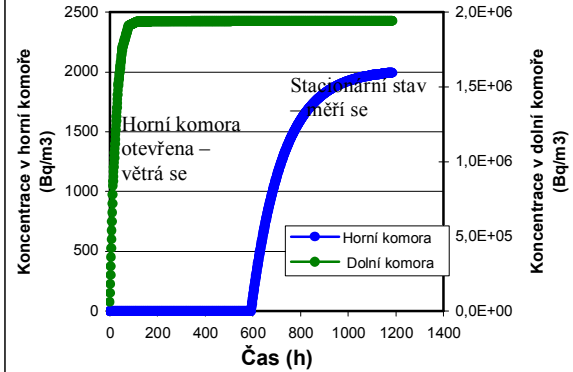
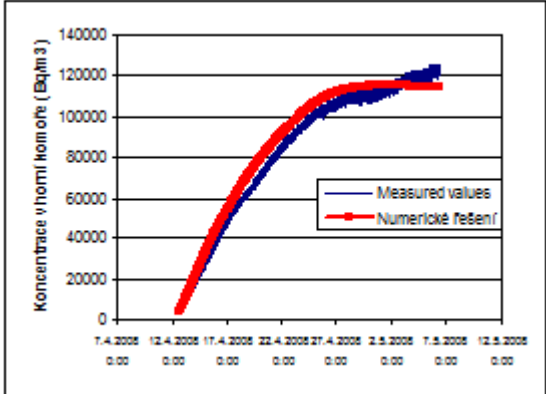
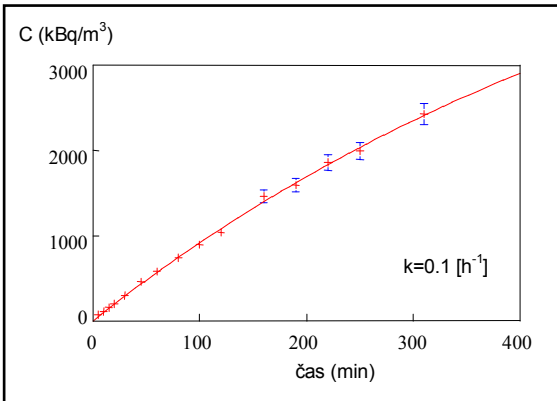
NOVOST POSTUPU

V současnosti je v České republice pro potřeby stanovení součinitele difúze radonu k dispozici metodika K124/02/95, která de facto používá metodu C popsanou v kapitole 6.3. Porovnání nové metodiky se stávající metodikou K124/02/95 je prezentováno v přehledné tabulce 1 níže. Srovnání výsledků měření stejných vzorků izolací je provedeno v tabulce 2.

Tabulka 1: Porovnání nové metodiky se stávající metodikou K124/02/95

NOVÁ METODIKA	STÁVAJÍCÍ METODIKA
Schéma měřicího zařízení	
	
	

Tabulka 1: Porovnání nové metodiky se stávající metodikou K124/02/95 - pokračování

NOVÁ METODIKA	STÁVAJÍCÍ METODIKA
Princip měření	
<ul style="list-style-type: none"> Měření OAR nad a pod izolací v nestacionárním i stacionárním stavu Měřidlem je ionizační komora v proudovém režimu OAR je stanovována automaticky kontinuálně v intervalu 10 – 15 min 	<ul style="list-style-type: none"> Měření OAR nad a pod izolací ve stacionárním stavu (před měřením se musí počkat, dokud se stac. stav nevytvoří) OAR se stanovuje pomocí odběru vzorků vzduchu do Lucasových komor Nárůstová křivka je zaznamenávána ručně s intervalem 1 hod 
Matematické zpracování naměřených dat	
<p>Numerické řešení parciální diferenciální rovnice nestacionárního jednorozměrného šíření radonu v izolaci.</p> $\frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) - \lambda \cdot C = \frac{\partial C}{\partial t}$ <p>Podrobnosti numerického řešení uvádí [2].</p> <p>Naměřená data v horní komoře se proloží numerickým řešením. Numerické řešení je možné použít na celou dobu měření.</p> 	<p>Analytické řešení parciální diferenciální rovnice stacionárního jednorozměrného šíření radonu v izolaci. Podrobnosti analytického řešení uvádí např. [5].</p> $D \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} - \lambda \cdot C = 0$ <p>Naměřená data v horní komoře se proloží přímkou. Lineární aproximace je možná jen několik málo hodin po uzavření horní komory.</p> 

Správnost stanovení součinitele difúze radonu podle nové metodiky byla ověřena porovnáním se stávající metodikou K124/02/95. Tabulka 2 uvádí pro stejné izolační materiály hodnoty součinitele difúze radonu stanovené podle nové i stávající metodiky.

Tabulka 2: Porovnání hodnot součinitele difúze radonu podle nové a stávající metodiky

Izolace	Nová metodika	Stávající metodika K124/02/95
RMB 400	$8,2 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$	$12,0 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$
Folgam B	$8,0 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$	$1,3 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$
Blackline	$1,2 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$	$2,0 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$
Penefol 750	$1,5 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$	$1,8 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$

Jak vyplývá z tabulky 2, nová metodika poskytuje o cca 20 % až 50 % nižší hodnoty součinitele difúze radonu než metodika stávající. Tento rozdíl je způsoben tím, že obě metodiky se principiálně odlišují (viz Tabulka 1). Zatímco u nové metodiky může být pro stanovení součinitele difúze radonu využita celá nárůstová křivka, stávající metodika, která spočívá v analytickém řešení, se musí spokojit pouze s lineární částí nárůstové křivky (tomu odpovídá časový interval jen cca 6 hodin). I drobné nepřesnosti vzniklé při měření OAR pod a nad izolací pak mají u stávající metodiky daleko větší vliv na hodnotu součinitele difúze radonu. Za vyšší hodnotu součinitele difúze radonu u stávající metodiky zodpovídá podhodnocení počáteční OAR v horní komoře bezprostředně po jejím uzavření (při výpočtu je uvažována nižší hodnota, než která na počátku měření v horní komoře ve skutečnosti je – výsledkem je větší strmost nárůstové přímky a tím pádem i vyšší hodnota součinitele difúze radonu).

Nová metodika poskytuje přesnější výsledky. Na druhé straně používání hodnot součinitele difúze radonu stanovených podle nové metodiky pro návrh protiradonové izolace snižuje bezpečnost tohoto návrhu.

Nová metodika prošla také mezinárodním srovnávacím měřením, které je popsáno v [9].

Z výše popsaných rozdílů nové a stávající metodiky je zřejmé, že nová metodika má širší pole působnosti než metodika stávající neboť zahrnuje jak stacionární režim, tak i režim nestacionární vzhledem k distribuci radonu v měřeném vzorku.

UPLATNĚNÍ CERTIFIKOVANÉ METODIKY

Metodika se uplatní zejména při měření součinitele difúze radonu v hydroizolačních materiálech pro účely splnění požadavku na protiradonovou izolaci podle čl. 7.3 ČSN 73 0601, který vyžaduje, aby byl součinitel difúze radonu stanoven metodikou podle zvláštního předpisu. Poznámka pod čarou tento předpis blíže specifikuje jako metodiku, jejíž vydání připraví SÚJB.

Metodika je určena pro laboratoře zabývající se stanovením součinitele difúze v izolačních materiálech.

LITERATURA

- [1] M. Jiránek and M. Kotrbatá, "Radon diffusion coefficients in 360 waterproof materials of different chemical composition". In: *Radiation Protection Dosimetry* (2011), doi:10.1093/rpd/ncr043
- [2] M. Jiránek and Z. Svoboda, "Transient radon diffusion through radon-proof membranes: A new technique for more precise determination of the radon diffusion coefficient," *Building and Environment*, vol. 44, 2009, pp. 1318-1327
- [3] M. Jiránek and A. Froňka, "New technique for the determination of radon diffusion coefficient in radon-proof membranes". *Radiation Protection Dosimetry* (2008) 130(1): 22-25
- [4] Fernández PL, Quindós LS, Sainz C, Gómez J. "A theoretical approach to the measurement of radon diffusion and adsorption coefficients in radonproof membranes". *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research – Section B* 2004; 217(1): 167-176.
- [5] M. Jiránek and J. Hůlka, "Applicability of various insulating materials for radon barriers," *The Science of The Total Environment*, vol. 272, 2001, pp. 79-84
- [6] G. Keller, B. Hoffmann, T. Feigenspan, "Radon Permeability and Radon Exhalation of Building Materials" *The Science of the Total Environment* 272, pp. 85-89 (2001)
- [7] Folkerts KH, Keller G, Muth H. "An experimental study on diffusion and exhalation of ^{222}Rn and ^{220}Rn from building materials". *Rad Prot Dosim* 9, pp. 27-34 (1984)
- [8] M. Jiránek and Z. Svoboda, "Numerical modelling as a tool for optimisation of subslab depressurisation systems design". *Building and Environment* 2007;42(5):1994–2003.
- [9] K. Rovenská and M. Jiránek, "1st international comparison measurement on assessing the diffusion coefficient of radon". *Radiation Protection Dosimetry* (2011), doi:10.1093/rpd/ncr079

SEZNAM PUBLIKACÍ, KTERÉ METODICE PŘEDCHÁZELY

- [1] M. Jiránek and A. Froňka, "New technique for the determination of radon diffusion coefficient in radon-proof membranes". *Radiation Protection Dosimetry* (2008) 130(1): 22-25
- [2] K. Rovenská and M. Jiránek, "1st international comparison measurement on assessing the diffusion coefficient of radon". *Radiation Protection Dosimetry* (2011), doi:10.1093/rpd/ncr079
- [3] M. Jiránek and Z. Svoboda, "Transient radon diffusion through radon-proof membranes: A new technique for more precise determination of the radon diffusion coefficient", *Building and Environment*, vol. 44, 2009, pp. 1318-1327
- [4] M. Jiránek and K. Rovenská, "Basic principles for the development of a common standardised method for determining the radon diffusion coefficient in waterproofing

materials”. Applied Radiation and Isotopes, Volume: 70 Issue: 4 Pages: 752-757, doi: 10.1016/j.apradiso.2011.12.036, 2012

- [5] K. Rovenská and M. Jiránek, “Radon diffusion coefficient measurement in waterproofings - A review of methods and an analysis of differences in results”, Applied Radiation and Isotopes, Volume: 70 Issue: 4 Pages: 802-807, doi: 10.1016/j.apradiso.2012.01.002, 2012