



中华人民共和国国家标准

GB/T 16145—2020
代替 GB/T 16145—1995

生物样品中放射性核素的 γ 能谱分析方法

Gamma spectrometry method of analysing radionuclides in biological samples

2020-04-28 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 术语和定义 1

3 仪器设备 1

4 γ 能谱仪的能量刻度 2

5 γ 能谱仪的效率刻度 3

6 样品的采集制备和 γ 谱获取 5

7 样品 γ 谱分析 7

8 不确定度评定 8

9 样品分析结果报告 9

附录 A (资料性附录) 能量刻度用的单能和多能核素 10

附录 B (资料性附录) 测量低活度样品用的塑料样品盒 11

附录 C (资料性附录) 样品自吸收修正方法 13

附录 D (资料性附录) 级联辐射引起的符合相加修正 17

附录 E (资料性附录) 生物样品的干样比、灰样比和灰化时着火的临界温度范围 20

附录 F (资料性附录) 生物样品 γ 能谱分析方法中存在的可能干扰核素及 γ 射线 22

附录 G (资料性附录) 生物样品 γ 谱分析中不确定度评定方法举例 25

附录 H (资料性附录) 判断限和探测限 30

参考文献 32

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 16145—1995《生物样品中放射性核素的 γ 能谱分析方法》。

本标准与 GB/T 16145—1995 相比,主要技术变化如下:

- 删除了“Ge(Li)和 NaI(Tl)探测器”的方法规定和表述(见 1995 年版的第 1 章);
- 增加了术语和定义的引导语,以及“能量刻度”“效率刻度”和“相对探测效率”的术语和定义(见第 2 章);
- 增加了无源效率刻度软件的要求(见 3.5);
- 增加了“能量刻度用的单能和多能核素”(见附录 A);
- 修改了“测量低活度样品用的塑料样品盒”部分内容和有关参数(见附录 B,1995 年版的附录 D);
- 修改了“样品自吸收修正方法” γ 射线的质量减弱系数的内容(见附录 C,1995 年版的附录 C);
- 修改了“级联辐射引起的符合相加修正”部分参数表示形式(见附录 D,1995 年版的附录 B);
- 修改了“生物样品的采集和预处理”内容,增加了干粉样制备方法和干鲜比信息(见附录 E,1995 年版的附录 A);
- 增加了“生物样品 γ 能谱分析方法中存在的可能干扰核素及 γ 射线”(见附录 F);
- 增加了不确定度评定方法举例有关内容(见附录 G);
- 修改了“判断限和探测限”部分参数表示形式(见附录 H,1995 年版的附录 J);
- 删除了“谱数据的平滑与峰位确定”(见 1995 年版的附录 E);
- 删除了“峰面积分析方法”(见 1995 年版的附录 F);
- 删除了“剥谱法”(见 1995 年版的附录 G);
- 删除了“联立方程组解谱法”(见 1995 年版的附录 H);
- 删除了“用最小二乘法解复杂 γ 谱方法”(见 1995 年版的附录 I)。

本标准由中华人民共和国国家卫生健康委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所、浙江省疾病预防控制中心、中国计量科学研究院、新疆维吾尔自治区疾病预防控制中心、烟台出入境检验检疫局、四川省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:拓飞、周强、宣志强、梁珺成、王玉文、姚帅墨、徐翠华、李则书、陆地、李文红、贺良国、张京、俞顺飞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 16145—1995。

生物样品中放射性核素的 γ 能谱分析方法

1 范围

本标准规定了用高纯锗(HPGe) γ 能谱仪分析生物样品中 γ 放射性核素活度的方法。

本标准适用于生物样品中 γ 放射性核素活度的测量。除了采样、制样外,本标准规定的 γ 能谱分析方法也适用于其他非生物样品。其他类型的 γ 能谱仪可参照执行。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

生物样品 biological sample

根据生物监测需要采集的、具有代表性的、作为检测样品的生物材料。

注:本标准所指生物样品包括粮食作物、蔬菜、茶叶、牧草、牛奶、菌菇类、家畜、家禽、指示性野生动植物等陆生动植物及食品,海洋或淡水中的浮游生物、水底生物、藻类等水生生物,以及人和动物的组织、血液和排泄物等。

2.2

能量刻度 energy calibration

用能量刻度源确定谱仪系统 γ 射线能量和道址间的对应关系的过程。

2.3

效率刻度 efficiency calibration

建立给定测量条件下 γ 射线能量与其全能峰探测效率的对应关系的过程。

2.4

相对探测效率 relative detection efficiency

在探测器探头前表面距离为 25 cm 处,HPGe 探测器与标准的圆柱形 NaI(Tl)闪烁晶体($\Phi \times h$: 7.62 cm $\times$ 7.62 cm)探测器测量 ^{60}Co 源 1 332.49 keV γ 射线的全能峰峰面积的比值。

3 仪器设备

3.1 γ 能谱仪

γ 能谱仪由探测器、前置放大器、主放大器、脉冲幅度分析器、高压电源、谱数据分析处理系统等部件组成。

3.2 探测器

使用高纯锗探测器时,探测器的相对探测效率应不小于 20%。对 ^{60}Co 1 332.49 keV γ 射线的能量分辨率应小于 2.5 keV。脉冲幅度分析器的道址应不小于 4 096 道。

3.3 探测器屏蔽室

一般选用低放射性的铅或钢铁等金属作屏蔽物质,壁厚为 10 cm~15 cm 铅材料,内腔大小一般为 40 cm $\times$ 40 cm $\times$ 50 cm~80 cm $\times$ 80 cm $\times$ 100 cm(或内腔容积近似的圆柱形)。适宜时屏蔽室内壁从外

向里依次可衬有厚度不小于 1.6 mm 的镭、不小于 0.4 mm 的铜或锡以及厚度为 2 mm~3 mm 的有机玻璃。

3.4 谱分析软件

γ 能谱仪分析软件应配有数据获取、自动寻峰、峰面积分析、能量刻度、效率刻度及核素定性、定量分析功能。

3.5 无源效率刻度软件

适宜时可对谱仪配备无源效率刻度软件,无源效率刻度软件包含所用高纯锗探测器的特有表征参数,并且能与谱分析软件结合使用。使用无源效率刻度软件时应采用可溯源的实际标准源进行验证,无源效率刻度结果与效率刻度源实测相对偏差一般应控制在 15% 以内。

3.6 试剂

选用分析纯的酸(HNO_3 、 HCl)、络合剂或稳定性同位素载体等,用于防止放射性核素在样品预处理过程中挥发损失或被容器吸附。

3.7 标准物质

适用于谱仪能量和效率刻度用的标准物质中的所用核素通常是 ^{210}Pb 、 ^{241}Am 、 ^{109}Cd 、 ^{57}Co 、 ^{141}Ce 、 ^{51}Cr 、 ^{137}Cs 、 ^{54}Mn 、 ^{22}Na 、 ^{88}Y 、 ^{60}Co 、 ^{152}Eu 等。标准物质的核素活度扩展不确定度应不超过 5% ($k=2$)。适于能量刻度的单能和多能核素及其主要参数参见附录 A。在进行能量刻度、效率刻度和测量时需注意能量、发射几率及半衰期参数来源统一。

3.8 样品盒

根据测量样品的体积和探测器的形状、大小,选择不同形状和尺寸的样品盒。样品盒应由天然放射性核素含量低、无人工放射性污染的材料制成。适合测量低活度样品用的两种常用典型样品盒参见附录 B。

4 γ 能谱仪的能量刻度

4.1 能量刻度源

γ 能谱仪能量刻度用的标准物(以下简称能量刻度源)的放射性核素所发射的 γ 射线的能量应均匀分布在所需刻度的能区(通常为 40 keV~2 000 keV),且最少需要 4 个能量点。

4.2 能量刻度范围

刻度的能区范围(脉冲幅度分析器满量程)可通过调节系统的增益来完成。如果所分析的能区为 40 keV~2 000 keV,应调节系统增益,使 ^{137}Cs 的 661.66 keV γ 射线的全能峰峰位大约在多道分析器满量程的 1/3 处。若多道分析器取 8 192 道,则该峰位约在 3 000 道附近。

4.3 能量刻度谱的获取

谱仪系统调至合适的工作状态并待稳定后,将能量刻度源置于探测器适当位置,获取一个至少包含均匀分布于整个能区的 4 个孤立峰的 γ 谱,记录刻度源的特征 γ 射线能量和相应的全能峰峰位。

4.4 能量刻度曲线的确定

4.4.1 能量刻度曲线拟合

采用谱分析软件获得全能峰峰位,确定峰位和能量之间的关系,用谱分析软件进行 γ 射线能量与全能峰峰位的直线拟合。处于良好工作状态的高分辨 γ 能谱系统的能量刻度曲线应是一条直线。

4.4.2 能量刻度曲线的计算方法

能量刻度曲线也可以用手动的方式进行计算拟合,假定峰位(道址)和能量之间关系满足式(1):

$$E = a_0 + a_1 P^1 + a_2 P^2 + \dots + a_n P^n \dots\dots\dots (1)$$

式中:

E —— γ 射线能量,单位为千电子伏(keV);

a_i ——($a_0, a_1, \dots, a_n$)拟合常数;

P ——全能峰所在道址。

利用式(1)对已知的峰位和能量做最小二乘法拟合,确定系统 $a_0, a_1, \dots, a_n$ 。通常取一次或二次多项式做拟合即可。

4.4.3 刻度曲线的核查

在样品测量期间,每天应至少用 2 个能量点的 γ 射线对谱仪进行检查,所用 γ 射线的能量应分别靠近刻度能区的低能端和高能端。如果峰位基本保持不变,则刻度数据保持适用。若多道分析器取 8 192 道,要求对 ^{60}Co 的 1 332.49 keV γ 射线的全能峰置于 5 000 道附近时,24 h 内峰位漂移应不超过 2 道。

5 γ 能谱仪的效率刻度

5.1 效率刻度源

γ 能谱仪效率刻度用的标准物(以下简称效率刻度源)原则上要选择与待测样品的几何形状和大小完全相同、基质一样或类似(或质量密度相等或相近)、核素含量和 γ 射线能量已知,以及源容器材料和样品容器材料相同。效率刻度源的放射性核素总活度应小于 1 000 kBq,能量分布应该适当,用于效率曲线刻度时的能量点应该分布在 40 keV~2 000 keV 能区内,选择至少 7 个能量的 γ 射线。

5.2 效率刻度谱的获取

将谱仪系统调至合适工作状态并待稳定后,把效率刻度源置于与样品测量时几何条件完全相同的位置上获取刻度 γ 谱,并使 γ 谱中用于刻度的全能峰净面积计数统计引入的扩展不确定度不超过 1%($k=2$)。其全能峰净面积计数统计引入的标准不确定度 μ 的计算见式(2):

$$\mu = \sqrt{\frac{N_s}{t_s^2} + \frac{N_b}{t_b^2}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

μ ——标准不确定度;

N_s ——全能峰净面积计数;

N_b ——相应全能峰的本底净面积计数;

t_s ——样品测量时间,单位为秒(s);

t_b ——本底测量时间,单位为秒(s)。

5.3 γ 射线全能峰探测效率刻度

5.3.1 刻度的一般程序

刻度的一般程序如下：

- 以效率刻度源谱获取时间归一，求得归一后的基体本底谱（简称基体本底归一谱）；
- 从效率刻度源谱中扣除基体本底归一谱，求得刻度核素的净谱；
- 从净谱中选择该核素的非级联的特征 γ 射线的全能峰，并求得其净峰面积；
- 计算所选特征 γ 射线的全能峰净峰面积与在获取效率刻度源谱同一时间间隔内效率刻度源中发射的该能量的 γ 射线总数的比值即为该能量 γ 射线的全能峰探测效率；
- 如果所选特征 γ 射线是级联辐射，在计算净峰面积时，应对级联辐射的相加效应做出修正；
- 拟合探测效率与 γ 射线能量之间的关系曲线，此曲线即为效率刻度曲线。

5.3.2 效率曲线拟合

对于待测样品与效率刻度源的几何形状、性状等相同，只是核素或 γ 射线能量不同的情况， γ 射线全能峰探测效率刻度可用全能峰效率曲线法：

- 用在 40 keV~2 000 keV 能区内，至少选择 7 个能量的孤立 γ 射线能峰，并计算它们的全能峰探测效率 $\epsilon_{p,\gamma}(E_\gamma)$ ；
- 用谱分析软件或在双对数坐标纸上完成 γ 射线全能峰探测效率 $\epsilon_{p,\gamma}(E_\gamma)$ 与 γ 射线能量 E_γ 的关系曲线拟合，即 γ 射线全能峰效率刻度曲线。一般的拟合函数采用式(3)计算：

$$\ln \epsilon_{p,\gamma}(E_\gamma) = \sum_{i=0}^k a_i (\ln E_\gamma)^i \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

E_γ —— γ 射线对应的能量，单位为千电子伏(keV)；

$\epsilon_{p,\gamma}(E_\gamma)$ ——探测器对能量为 E 的 γ 射线的全能峰探测效率；

a_i ——拟合常数；

k ——多项式的最高阶次， $k \leq m-1$ ， m 为相应能区内参加曲线拟合的实验效率点的数目。

在双对数坐标纸上得到的全能峰效率曲线形状如图 1 所示。曲线常常分两段拟合，大约在 150 keV~300 keV 处有个“拐点” E_c ，对 γ 能量 $E < E_c$ 的低能段，当实验效率点 ≥ 6 个时，式(3)中拟合阶数 k 可取 3；当有 3 个~5 个实验效率点时，式(3)中拟合阶数 k 可取 2。对 $E > E_c$ 的高能段，当有 3 个~5 个实验效率点时，式(3)中拟合阶数 k 取 2；当有 6 个或 7 个实验效率点时，式(3)中拟合阶数 k 可取 3；当大于 8 个实验效率点时，式(3)中拟合阶数 k 可取 4。推荐采用系统自带的谱分析软件做 γ 射线能量与全能峰效率的拟合。

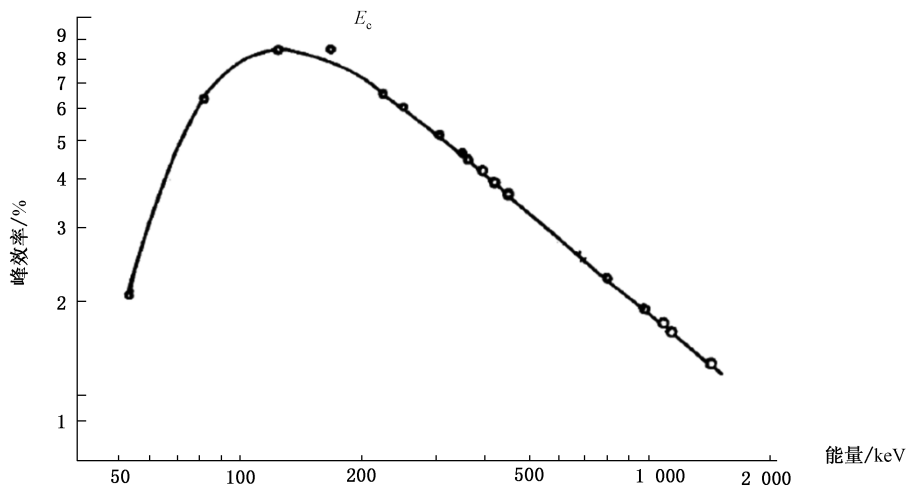


图 1 一个典型同轴 HPGe 探测器全能峰效率曲线(源距 10 cm)

5.4 探测效率刻度的修正

- 5.4.1 当效率刻度源与样品的装样量或密度间差异较大时,应对效率刻度做出修正,特别是在能量低于 200 keV 的特征 γ 射线核素活度分析时,密度差异不能忽略。相对自吸收修正方法参见附录 C。
- 5.4.2 如果使用的效率刻度源中某种核素具有级联 γ 辐射,而且 γ 谱是在效率刻度源距离探测器较近情况下获取的,则用于计算效率的峰面积应做符合相加修正,参见附录 D。
- 5.4.3 当自己制备效率刻度源时,使用的基质中固有的放射性核素(通常是天然放射性核素)与加入的标准源溶液或标准物质的 γ 能量一样或相近,应考虑它们对刻度谱峰面积的影响。一般可以用制作效率刻度源的基质单独制作一个“空白”本底样,并在同样条件下获取其本底 γ 谱,然后从刻度谱峰面积中或者直接从刻度谱中扣除本底。
- 5.4.4 对反康普顿 γ 能谱仪系统的全能峰效率刻度,应特别注意级联 γ 辐射核素的相应全能峰面积处理。通常可以利用其同时获取的非反符合谱中相应峰面积,经符合相加修正后,再计算全能峰探测效率。

6 样品的采集制备和 γ 谱获取

6.1 采集制备原则

采集的样品应具有代表性,样品量和预处理原则应便于 γ 能谱分析。生物样品在采集时,要根据监测或研究的目的、采集对象和其特定场所特征、预计核素的可能浓度和分布、谱仪的探测下限等多种因素,确定采样方法、数量、时间、频度以及样品的预处理方法。样品保存、运输和预处理应避免放射性损失和污染。

样品制备方法应根据实际使用的谱仪类型、数据处理方法、实验分析目的等具体情况选择。在不影响检测目的所要求的测量精度的情况下,尽量减少处理步骤,缩短环节,采用简单的方法,以最大限度避免处理过程引入的影响结果准确度的因素(如核素丢失、引入污染)。可以选择的制备方法包括鲜样制备法、干样制备法和灰样制备法。常见生物样品的干样比和灰样比参见附录 E 的表 E.1 和表 E.2。灰化初始着火温度参见表 E.3。

6.2 采集样品量的确定

生物样品需采集多少样品量(W),可采用式(4)来估算:

$$W = \frac{N_m}{A_b f \epsilon P Y T} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

W ——采集样品重量或体积,单位为千克(kg)或升(L);

N_m ——在 T 时间内,谱仪可测量到的最小计数率,通常指核素特征峰面积计数率,单位为每秒(s^{-1});

A_b ——样品定量分析的最小活度浓度,单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);

f ——被测量样品所占采样量份额(包括干样比和灰样比,参见表 E.1 和表 E.2);

ϵ ——相应能量 γ 射线的全能峰效率;

P ——相应能量 γ 射线发射几率;

Y ——样品预处理回收率;

T ——样品测量活时间,单位为秒(s)。

估算时因参数 N_m 、 W 、 f 、 ϵ 、 Y 等值在很大范围内可有多种组合满足式(4),应根据测量的目的要求、现有条件和花费成本最低等原则,实行优化组合来确定采样量的多少。

对一台测量装置固定的 γ 能谱仪,可根据相对测量误差的要求,对(N_m)值和特性指数(f 、 ϵ 、 P 、 Y 、 T)做出一些估计和假设,然后按 A_b — W 关系曲线确定 W 值。当样品可能出现多种核素时,应以估计的 W 值中最大者为采样量。

A_b 值可根据现有的资料分析估计,或通过粗略预测来估计。当监测的目的是判断和记录核素浓度是否超过限值 1/10 或 1/4 以上浓度时, A_b 值可用相应 1/10 或 1/4 限值浓度来代替。

6.3 鲜样制备法

将采集的样品去掉不可食部分,如蔬菜水果类,有的要去泥土、根须,有的要去籽,剥去外皮,有的应用清水洗净、控水或用吸水纸拭干。水生物,如虾蟹、贝壳等用水浸泡一夜,使其吐出泥沙,去外壳,取其软体部分;动物和鱼类样品应分别取其肌肉和内脏等。然后称鲜重并视不同情况,将其切碎、剪碎、搅成肉末状或压碎后装入样品盒中踏实、压紧,制备成合适的样品用于 γ 谱分析。

6.4 干样制备法

将不能直接测量的鲜样适当弄碎,进行冷冻干燥或放入清洁搪瓷盘内置于烘箱干燥。采用烘箱干燥时徐徐加温至 105 $^{\circ}\text{C}$,烘十几至数十小时至干,然后称重并求出干鲜比。对含核素碘的样品,烘干温度最好低于 80 $^{\circ}\text{C}$,防止碘升华损失。干燥后的样品粉碎或研磨后再装样测量,有的样品可压缩成一定形状后再转入测量样品盒中进行测量。

6.5 灰样制备法

核素活度浓度较低的样品,需要进一步灰化浓缩才能测量的样品,可采用干式灰化、湿式灰化或低温灰化。大量样品主要靠干式灰化。灰化时应严格控制温度,开始炭化阶段应慢慢升温,防止着火,各种物质着火的临界温度范围参见表 E.3,对脂肪多的样品可加盖并留有适当缝隙或皂化后炭化。炭化完成后可较快地将温度升至 450 $^{\circ}\text{C}$,并在该温度下灰化十至数十小时,使样品成为含碳量最少的灰。严格防止高温炉内温度过高,造成样品损失或烧结。对灰化时容易挥发的核素,如铯、碘和钆等,应视其理化性质确定其具体灰化温度或灰化前加入适当化学试剂,或改用其他预处理方法。待处理的样品中如需分析放射性铯时,灰化温度不宜超过 400 $^{\circ}\text{C}$ 。对要分析碘的样品,灰化前应用 0.5 mol/L NaOH 溶液

浸泡样品十几个小时。牛奶样品在蒸发浓缩或灰化前也应加适量的 NaOH 溶液。灰化好的样品在干燥器内冷却后称重,并计算灰样比,然后按需要量制备测量样品。

6.6 特殊生物样品

对于某些生物样品,如机体组织或器官、尿样、便样、呼出气等样品,可能受到采样量限制,核素在机体内分布也不一样,因此应根据具体情况、特点和条件决定其采样和处理方法,以及具体的测量分析方式。

6.7 装样

根据样品放射性核素含量高低,样品量(质量或体积)多少,最低探测限要求、谱仪类型和其系统的主要性能指标,以及现有条件,选择最合适的样品盒装样。装样应满足以下原则要求:

- a) 选择与刻度源规格、材质一致、未被放射性污染的样品盒。
- b) 对可能引起放射性核素壁吸附的样品(如液体或呈流汁状态样品),应选择壁吸附小或经一定壁吸附预处理的样品盒装样。
- c) 装样密度尽可能均匀,并尽量保证与效率刻度源的质量密度和体积一样。在达不到质量密度一致条件时,应保证样品均匀和体积一致。当体积也不能达到一致时,则保证样品均匀条件下准确记录装样体积和重量,以便对结果做体积和密度修正。
- d) 对含有易挥发核素或伴有放射性气体生成的样品,以及需要使母子体核素达到平衡后再测量的样品,在装样后应密封。
- e) 对样品量充足,预测核素含量很低,装样密度又小于标准源的样品(通常可能是一些直接分析的样品),可以选用特殊的工具和手段(如压样机),把样品尽可能压缩到样品盒中。
- f) 装样体积和样品重量应尽量精确,前者偏差应控制在 5% 以内,后者应小于 1%。

6.8 γ 谱获取

获取样品 γ 谱时,应注意以下几点:

- a) 应采用与获取刻度源 γ 谱相同的几何条件和工作状态下测量样品 γ 谱;
- b) 测量时间视样品中放射性强弱和对特征峰面积统计精确性要求而定;
- c) 低活度样品的长期测量中应注意和控制谱仪的工作状态变化对样品谱的可能影响,测量过程中可暂停获取谱数据(或作为一个单独谱存储一次并分析处理),待重新放置样品一次后再接着测量;
- d) 特别对于天然核素活度低的样品分析时,应在测量样品之前或之后(或者前后两次)测量本底谱,用于谱数据分析时扣除本底谱的贡献。

7 样品 γ 谱分析

7.1 定性分析——核素鉴别

7.1.1 寻峰并确定峰位。

7.1.2 根据确定的峰位,用能量刻度的系数或曲线内插值求出相应的 γ 能量。

7.1.3 根据所确定的 γ 能量查找能量-核素数据表(库),即可得知样品中存在的核素。但有时需要根据样品核素半衰期(具体可测量峰面积的衰变曲线),一种核素的多个 γ 特征峰及其发射几率比例,或核素的低能特征 X 射线等辅助方法加以鉴别。生物样品 γ 能谱分析方法中存在的可能干扰核素及 γ 射线参见附录 F。

7.2 定量分析——核素活度浓度确定

7.2.1 根据鉴别的核素的特征,原则上尽量选择 γ 射线发射几率大,受其他因素干扰小的一个或多个 γ 射线全能峰作为分析核素的特征峰。样品谱十分复杂,并伴有短半衰期核素而难以选定时,可利用不同时间获取的 γ 谱做适当处理。

7.2.2 根据样品谱特征峰的强弱和具体条件选择合适的方法计算特征峰面积。

7.2.3 受干扰小的孤立单峰,可选用简单谱数据处理方法,如总峰面积法,也可以用曲线函数拟合方法。

当分析重峰或受干扰严重的峰时,可采用以下两种方法:

- 使用具有重峰分解能力的曲线拟合程序。步骤包括:选取适当本底函数和峰形函数;将谱分段,确定进行拟合的谱段;进行非线性最小二乘法拟合,求出拟合曲线的最佳参数向量;对拟合的最佳峰形函数积分或直接由有关参数计算峰面积和相关量。
- 在重峰的情况下,运用适当的剥谱技术或通过总峰面积的衰变处理或其他峰面积修正方法达到分解重峰或消除干扰影响的目的。

7.2.4 采用刻度效率曲线法刻度的谱仪时,按式(5)计算采样时刻样品中核素活度浓度 A :

$$A = \frac{N_s F_1 F_3}{F_2 \epsilon P T m e^{-\lambda \Delta t}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- A ——采样时刻样品中核素活度浓度,单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);
- N_s ——全能峰净面积计数;
- F_1 ——短寿命核素在测量期间的衰变修正因子,采用式(6)计算。如果被分析的核素半衰期与样品测量的时间相比大于100, F_1 可取为1;
- F_3 —— γ 符合相加修正系数,对发射单能 γ 射线核素,或估计被分析 γ 射线的相应修正系数不大时,可取 F_3 为1,否则应设法估算 F_3 , F_3 的计算参见附录D;
- F_2 ——样品相对于刻度源 γ 自吸收修正系数,如果样品密度和刻度源的密度相同或相近, F_2 可取1, F_2 的计算参见附录C;
- ϵ ——相应能量 γ 射线的全能峰效率;
- P ——相应能量 γ 射线发射几率;
- T ——样品测量活时间,单位为秒(s);
- m ——测量样品的质量(当测量样品不是采集的样品直接装样测量时, m 用相应于采集时的样品质量或体积代替,若进行干燥或灰化处理,应计算干湿比或灰鲜比),单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);
- λ ——放射性核素衰变常数,单位为每秒(s^{-1});
- Δt ——核素衰变时间,即从采样时刻到样品测量时刻之间的时间间隔,单位为秒(s)。

$$F_1 = \frac{\lambda T_c}{1 - e^{-\lambda T_c}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- F_1 ——短寿命核素在测量期间的衰变修正因子,采用式(6)计算。如果被分析的核素半衰期与样品测量的时间相比大于100, F_1 可取为1;
- λ ——放射性核素衰变常数,单位为每秒(s^{-1});
- T_c ——为测量样品的真实时间(不是活时间 T),单位为秒(s)。

8 不确定度评定

测量结果不确定度的各分量包括采用A类评定方法或B类评定方法求出分量,A类方法指通过多

次测量,由贝塞尔公式计算得出的方法;B类方法是指非 A 类的评定方法,例如刻度源所含核素活度的不确定度,一般直接引用自刻度源证书。各不确定度分量 u_i 采用“方和根”法合成得到合成标准不确定度 u_c ,采用式(7)计算:

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + \cdots + u_n^2} \quad \cdots \cdots \cdots (7)$$

式中:
 u_c ——合成标准不确定度;
 u_i ——各不确定度分量($u_1, u_2, \cdots, u_n$),一般包括计数统计不确定度、刻度源的不确定度、效率拟合的不确定度、样品质量不确定度、几何位置不确定度、 γ 射线发射几率不确定度等。
扩展不确定度 U 采用式(8)计算:

$$U = k u_c \quad \cdots \cdots \cdots (8)$$

式中:
 U ——扩展不确定度;
 k ——包含因子,一般取 2,相应置信度约为 95%;
 u_c ——合成不确定度。
 γ 能谱分析中不确定度的主要来源及不确定度评定方法举例参见附录 G。

9 样品分析结果报告

- 9.1 报告样品分析结果应清晰简明,同时给出适当说明。
- 9.2 定量分析时,报告样品中大于探测限的每一个测量值时都应当带有其扩展不确定度,并注明扩展不确定度值的覆盖因子或近似的覆盖概率。结果报告应对仪器测量结果的不确定度进行评定,测量结果表述形式可为 $A \pm U(k=2)$,正负号后的值为扩展不确定度,同时标明单位和参考日期;其中 A 为活度浓度值,单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L)。
- 9.3 定量分析时,应给出核素的测量结果及其扩展不确定度,并注明扩展不确定度置信度。扩展不确定度一般保留 1 位有效数字,当扩展不确定度首位小于“3”,可保留 2 位有效数字;测量结果的有效数字,应根据测量结果的最后一位和不确定度的末位对齐的原则确定。
- 9.4 在低水平活度测量时,当低于探测下限时应给出探测下限,并适当注明测量条件,如谱仪系统主要性能、测量时间、使用特征峰、测量几何条件等。探测下限的计算参见附录 H。

附 录 A

(资料性附录)

能量刻度用的单能和多能核素

能量刻度用的单能和多能核素列于表 A.1。

表 A.1 能量刻度用的单能和多能核素

核素	半衰期	γ 射线能量 keV	γ 射线发射几率 %
^{210}Pb	22.3 a	46.5	4.25
^{241}Am	432.6 a	59.54	35.78
^{109}Cd	461.4 d	88.03	3.626
^{57}Co	271.80 d	122.1	85.51
^{141}Ce	32.508 d	145.4	48.29
^{51}Cr	27.703 d	320.1	9.87
^{137}Cs	30.018 a	661.66	84.99
^{54}Mn	312.13 d	834.84	99.974 6
^{22}Na	2.602 7 a	1 274.54	99.940
^{88}Y	106.626 d	898.0	93.90
		1 836.1	99.32
^{60}Co	5.271 a	1 173.2	99.85
		1 332.49	99.982 6
^{152}Eu	13.522 a	121.8	28.41
		344.3	26.59
		964.1	14.50
		1 112.1	13.41
		1 408.0	20.85
^{40}K	1.25×10^9 a	1 460.82	10.55
注：表中的数据来源于 GB/T 11713—2015。			

附 录 B
(资料性附录)
测量低活度样品用的塑料样品盒

B.1 马林杯样品盒

常用样品盒为无色透明圆柱形马林杯,材料为聚丙烯塑料,密度为 $0.91\text{ g/cm}^3 \sim 0.96\text{ g/cm}^3$,熔化温度 $220\text{ }^\circ\text{C} \sim 275\text{ }^\circ\text{C}$,使用中温度不能超过 $220\text{ }^\circ\text{C}$ 。其剖面如图 B.1 所示。

单位为毫米

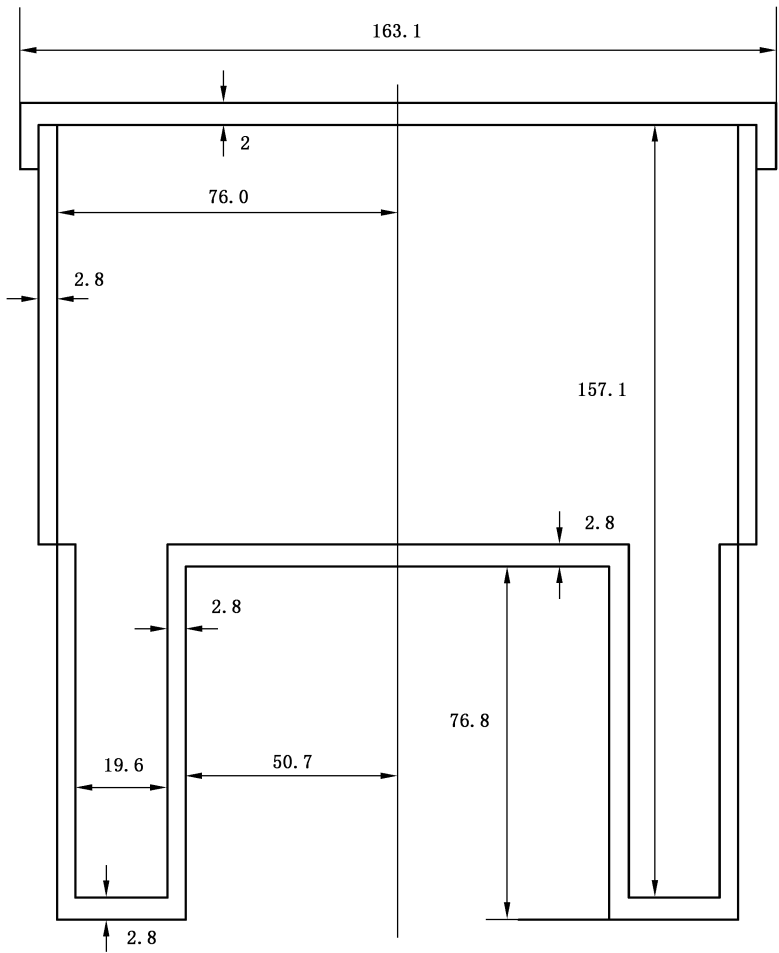


图 B.1 典型马林杯样品盒剖面图

B.2 圆柱形样品盒

常用的两种高、低圆柱形样品盒剖面如图 B.2 和图 B.3 所示,材料为聚丙烯塑料。

单位为毫米

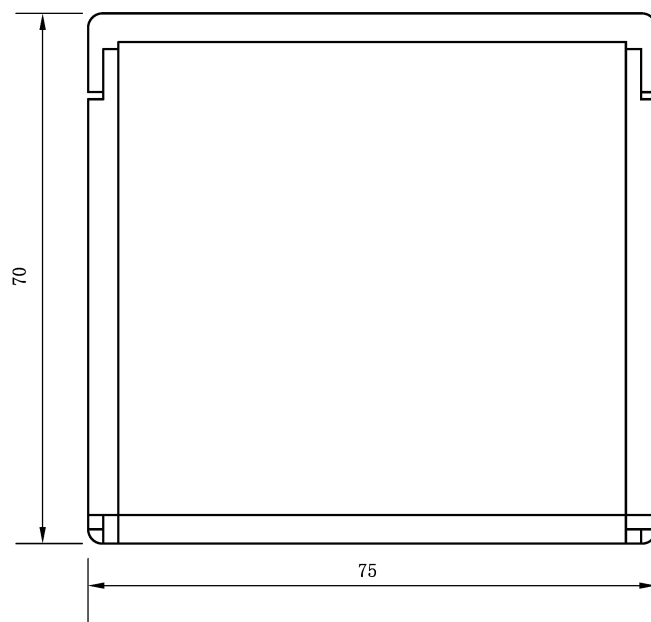


图 B.2 高圆柱形样品盒剖面图

单位为毫米

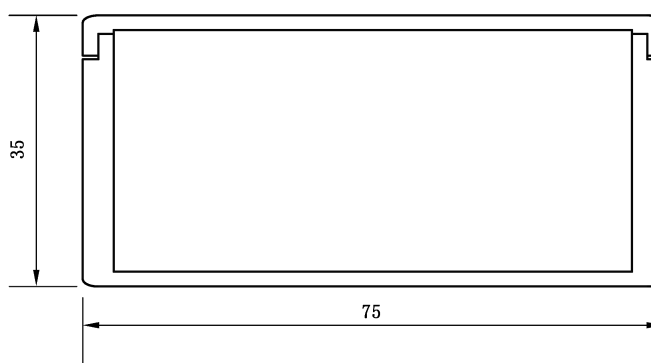


图 B.3 低圆柱形样品盒剖面图

附 录 C

(资料性附录)

样品自吸收修正方法

C.1 样品相对刻度源自吸收系数 F_2 的确定方法

C.1.1 当分析样品的基质组成和刻度用的 γ 源基质组成不一样,造成装样质量密度与刻度源的质量密度差别很大时,它们之间的 γ 射线自吸收差别就不能忽略,对分析结果或峰面积就应进行修正。通常不必求出绝对自吸收修正因子,只要求分析出样品相对于刻度源的自吸收修正系数即可。根据各自实验室具体条件可选用下列方法之一。

C.1.2 当样品的 γ 质量减弱系数 (μ/ρ) 和刻度源的质量减弱系数 (μ/ρ) 已知时(其中,质量减弱系数的单位为 cm^2/g),则样品相对刻度源自吸收系数 F_2 可按式(C.1)计算:

$$F_2 = \exp \left\{ -\frac{\bar{L}}{V} [(\mu/\rho)_1 m_1 - (\mu/\rho)_0 m_0] \right\} \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

F_2 ——样品相对刻度源自吸收系数;

$\bar{L}$ ——被分析 γ 射线通过样品本身的平均有效长度,单位为厘米(cm);

V ——样品体积,也就是刻度源的体积,单位为立方厘米(cm^3);

$(\mu/\rho)_1$ ——样品的 γ 质量减弱系数,单位为平方厘米每克(cm^2/g);

m_1 ——是样品的装填质量,单位为克(g);

$(\mu/\rho)_0$ ——刻度源的 γ 质量减弱系数,单位为平方厘米每克(cm^2/g);

m_0 ——刻度源的装填质量,单位为克(g)。

注 1: $\bar{L}$ 是由样品体积或者说刻度源体积 V 决定的几何量,可以由标准实验室提供或由 C.2.2 给出的方法获得。

当样品的 $(\mu/\rho)_1$ 值不容易得到,所求自吸收修正的 γ 能量大于 200 keV,装填样品质量密度 (m_1/V) 与刻度源的差别不大于 $0.3 \text{ g}/\text{cm}^3$ 时,可按式(C.2)近似代替式(C.1):

$$F_2 = \exp \left[-\frac{\bar{L}}{V} (\mu/\rho)_0 (m_1 - m_0) \right] \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

F_2 ——样品相对刻度源自吸收系数;

$\bar{L}$ ——被分析 γ 射线通过样品本身的平均有效长度,单位为厘米(cm);

V ——样品体积,也就是刻度源的体积,单位为立方厘米(cm^3);

$(\mu/\rho)_0$ ——刻度源的 γ 质量减弱系数,单位为平方厘米每克(cm^2/g);

m_1 ——是样品的装填质量,单位为克(g);

m_0 ——刻度源的装填质量,单位为克(g)。

注 2: $\bar{L}$ 是由样品体积或者说刻度源体积 V 决定的几何量,可以由标准实验室提供或由 C.2.2 给出的方法获得。

C.1.3 可按图 C.1 所示点源、样品与探测器的几何位置,通过测量发射多 γ 能量的点源(如 ^{152}Eu , 或单能 γ 混合源等)峰面积来计算自吸收修正系数。点源的 γ 射线能量范围应覆盖待分析的 γ 射线能量。实验要求至少测量两次,一次是在样品盒装满无放射性的样品基质材料上测量,设测量的峰面积为 a_1 ; 另一次是在样品盒装满无放射性的刻度源基质材料上测量,设测得的峰面积为 a_0 ,则样品的相对自吸收系数 F_2 可按式(C.3)计算:

$$F_2 = \exp \left[\frac{\bar{L}}{L} \ln(a_1/a_0) \right] \quad \dots\dots\dots (C.3)$$

式中：

F_2 ——样品相对刻度源自吸收系数；

$\bar{L}$ ——被分析 γ 射线通过样品本身的平均有效长度,单位为厘米(cm)；

L ——点源 γ 射线通过样品的最近距离(如图 C.1 所示),单位为厘米(cm)；

a_1 ——在样品盒装满无放射性的样品基质材料测量的峰面积；

a_0 ——在样品盒装满无放射性的刻度源基质材料测量的峰面积。

注 3: $\bar{L}$ 是由样品体积或者说刻度源体积 V 决定的几何量,可以由标准实验室提供或由 C.2.2 给出的方法获得。

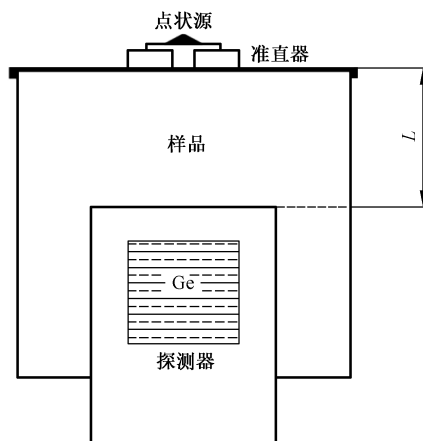


图 C.1 点源、样品与探测器的几何位置

当选用的点源足够强,样品和刻度源相对较弱,特别是 γ 射线能量不重合时,C.1.2 的实验可直接在样品与刻度源上来完成。

C.1.4 确定自吸收系数的第三种方法是用待分析的样品基质和刻度源基质物质制作两个放射性活度相等(实际上相对强度已知即可)、形状大小和待分析样品一样、 γ 能量范围覆盖待求自吸收的 γ 能量的体源。在相同条件下测量两个源,并分别求出对应的峰面积,设为 A_1 和 A_0 ,则样品相对于刻度源的自吸收系数 F_2 可按式(C.4)计算：

$$F_2 = A_1/A_0 \quad \dots\dots\dots (C.4)$$

式中：

F_2 ——样品相对刻度源自吸收系数；

A_1 ——待分析的样品基质测量所得的对应峰面积；

A_0 ——刻度源基质测量所得的对应峰面积。

求出若干不同能量 E 的 F_2 值,做 F_2 - E 曲线图,或选用适当函数拟合各实验点,则可求出任意能量下的 F_2 值。

当选用更多的不同密度物质制源,用该实验方法求得多组数据,然后通过适当数据处理,可以内插出任意 γ 能量和任意密度情况下相对于刻度源的自吸收系数。

C.2 γ 射线在物质中的质量减弱系数和所用样品盒对 γ 光子的有效行程长度 $\bar{L}$ 的确定方法

C.2.1 关于质量减弱系数的确定方法

C.2.1.1 如果样品或刻度源的元素组成已知,则可利用已知元素的 γ 射线质量减弱系数数据表按它们

在样品中或刻度源中的质量份额加权,计算出整个样品或刻度源对各种不同的 γ 射线质量减弱系数,部分常用元素或物质的 γ 射线质量减弱系数见表 C.1。

C.2.1.2 当样品或刻度源的基质组成不清楚时,可由实验方法确定 (μ/ρ) 。实验如图 C.1 所示,样品盒用 (μ/ρ) 已知的物质装满(如水,质量减弱系数值见表 C.1),测量点源的 γ 谱,计算全能峰面积 a_0 ,后用待求 (μ/ρ) 的样品或刻度源的基质装满样品盒,测量点源 γ 谱,计算全能峰面积 a_1 ,则样品或刻度源的相应 γ 射线质量减弱系数 $(\mu/\rho)_1$ 可按式(C.5)计算:

$$(\mu/\rho)_1 = [\bar{L} (\mu/\rho)_0 m_0 / V - \ln(a_1/a_0)] / (\bar{L} m_1 / V) \dots\dots\dots (C.5)$$

- 式中:
- $(\mu/\rho)_1$ ——样品或刻度源的相应 γ 射线质量减弱系数,单位为平方厘米每克(cm^2/g);
 - $\bar{L}$ ——被分析 γ 射线通过样品本身的平均有效长度,单位为厘米(cm);
 - $(\mu/\rho)_0$ ——水的 γ 质量减弱系数,单位为平方厘米每克(cm^2/g);
 - m_0 ——水的质量,单位为克(g);
 - V ——装样体积,单位为立方厘米(cm^3);
 - a_1 ——样品或刻度源的基质装满样品盒时,测量点源 γ 谱,计算全能峰面积;
 - a_0 ——样品盒用 (μ/ρ) 已知的物质装满(如水),测量点源的 γ 谱,计算全能峰面积;
 - m_1 ——待求基质(即分析样品或标准源)的质量,单位为克(g)。

注: $\bar{L}$ 是由样品体积或者说刻度源体积 V 决定的几何量,可以由标准实验室提供或由 C.2.2 给出的方法获得。

表 C.1 γ 射线的质量减弱系数

光子 能量 MeV	氢 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	碳 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	氮 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	氧 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	铝 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	硅 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	铁 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	水 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)	空气 $(\mu/\rho)/$ (cm^2/g)
0.040	3.458×10^{-1}	2.076×10^{-1}	2.288×10^{-1}	2.585×10^{-1}	5.685×10^{-1}	7.012×10^{-1}	3.629×10^0	2.683×10^{-1}	2.485×10^{-1}
0.050	3.355×10^{-1}	1.871×10^{-1}	1.980×10^{-1}	2.132×10^{-1}	3.681×10^{-1}	4.385×10^{-1}	1.958×10^0	2.269×10^{-1}	2.080×10^{-1}
0.060	3.260×10^{-1}	1.753×10^{-1}	1.817×10^{-1}	1.907×10^{-1}	2.778×10^{-1}	3.207×10^{-1}	1.205×10^0	2.059×10^{-1}	1.875×10^{-1}
0.080	3.091×10^{-1}	1.610×10^{-1}	1.639×10^{-1}	1.678×10^{-1}	2.018×10^{-1}	2.228×10^{-1}	5.952×10^{-1}	1.837×10^{-1}	1.662×10^{-1}
0.100	2.944×10^{-1}	1.514×10^{-1}	1.529×10^{-1}	1.551×10^{-1}	1.704×10^{-1}	1.835×10^{-1}	3.717×10^{-1}	1.707×10^{-1}	1.541×10^{-1}
0.15	2.651×10^{-1}	1.347×10^{-1}	1.353×10^{-1}	1.361×10^{-1}	1.378×10^{-1}	1.448×10^{-1}	1.964×10^{-1}	1.505×10^{-1}	1.356×10^{-1}
0.20	2.429×10^{-1}	1.229×10^{-1}	1.233×10^{-1}	1.237×10^{-1}	1.223×10^{-1}	1.275×10^{-1}	1.460×10^{-1}	1.370×10^{-1}	1.233×10^{-1}
0.30	2.112×10^{-1}	1.066×10^{-1}	1.068×10^{-1}	1.070×10^{-1}	1.042×10^{-1}	1.082×10^{-1}	1.099×10^{-1}	1.186×10^{-1}	1.067×10^{-1}
0.40	1.893×10^{-1}	9.546×10^{-2}	9.557×10^{-2}	9.566×10^{-2}	9.276×10^{-2}	9.614×10^{-2}	9.400×10^{-2}	1.061×10^{-1}	9.549×10^{-2}
0.50	1.729×10^{-1}	8.715×10^{-2}	8.719×10^{-2}	8.729×10^{-2}	8.445×10^{-2}	8.748×10^{-2}	8.414×10^{-2}	9.687×10^{-2}	8.712×10^{-2}
0.60	1.599×10^{-1}	8.058×10^{-2}	8.063×10^{-2}	8.070×10^{-2}	7.802×10^{-2}	8.077×10^{-2}	7.704×10^{-2}	8.956×10^{-2}	8.055×10^{-2}
0.80	1.405×10^{-1}	7.076×10^{-2}	7.081×10^{-2}	7.087×10^{-2}	6.841×10^{-2}	7.082×10^{-2}	6.699×10^{-2}	7.865×10^{-2}	7.074×10^{-2}
1.00	1.263×10^{-1}	6.361×10^{-2}	6.364×10^{-2}	6.372×10^{-2}	6.146×10^{-2}	6.361×10^{-2}	5.995×10^{-2}	7.072×10^{-2}	6.358×10^{-2}
1.50	1.027×10^{-1}	5.179×10^{-2}	5.180×10^{-2}	5.185×10^{-2}	5.006×10^{-2}	5.183×10^{-2}	4.883×10^{-2}	5.754×10^{-2}	5.175×10^{-2}
2.0	8.769×10^{-2}	4.442×10^{-2}	4.450×10^{-2}	4.459×10^{-2}	4.324×10^{-2}	4.480×10^{-2}	4.265×10^{-2}	4.942×10^{-2}	4.447×10^{-2}
注: 表中所有数据来源于 National Institute of Standards and Technology report, NISTIR 5632, 1995。									

C.2.2 关于 $\bar{L}$ 的确定方法

C.2.2.1 用 γ 质量减弱系数已知的两种基质物质做两个体源,其活度相等,形状大小和待分析样品一样,在相同条件下测量两体源,确定相应 γ 全能峰面积,按式(C.6)计算 $\bar{L}$:

$$\bar{L} = \ln(A_1/A_2) / [(\mu/\rho)_2 m_2 / V - (\mu/\rho)_1 m_1 / V] \quad \dots\dots\dots (C.6)$$

式中:

- $\bar{L}$ ——被分析 γ 射线通过样品本身的平均有效长度,单位为厘米(cm);
- A_1 ——对基质物质 1 测量的峰面积;
- A_2 ——对基质物质 2 测量的峰面积;
- $(\mu/\rho)_2$ ——对基质物质 2 测量的 γ 质量减弱系数,单位为平方厘米每克(cm^2/g);
- m_2 ——对基质物质 2 测量的装样量,单位为克(g);
- V ——装样体积,单位为立方厘米(cm^3);
- $(\mu/\rho)_1$ ——对基质物质 1 测量的 γ 质量减弱系数,单位为平方厘米每克(cm^2/g);
- m_1 ——对基质物质 1 测量的装样量,单位为克(g)。

对不同 γ 能量,求出多个 $\bar{L}$ 值,其算术平均值即为所用样品盒对 γ 光子的平均有效长度。

C.2.2.2 用两种无放射的基质物质,如水和 FeCl_3 水溶液,分别装满样品盒,按图 C.1 所示实验方法测量上面的 ^{152}Eu 点源 γ 谱,计算两种情况的峰面积,设分别为 a_1 和 a_2 。再将这两个无放射性的基质物质加入相同量 ^{152}Eu 溶液制成体源,放在同一探测器同样位置上测量,得到体源的峰面积,设分别为 A_1 和 A_2 ,然后按式(C.7)计算 $\bar{L}$:

$$\bar{L} = L \cdot \ln(A_1/A_2) / \ln(a_1/a_2) \quad \dots\dots\dots (C.7)$$

式中:

- $\bar{L}$ ——被分析 γ 射线通过样品本身的平均有效长度,单位为厘米(cm);
- L ——点源 γ 射线通过样品的最近距离,单位为厘米(cm);
- A_1 ——对基质物质 1 测量的峰面积;
- A_2 ——对基质物质 2 测量的峰面积;
- a_1 ——在样品盒装满无放射性的样品基质材料测量的峰面积;
- a_2 ——在样品盒装满无放射性的刻度源基质材料测量的峰面积。

实验时, ^{152}Eu 点源和 ^{152}Eu 溶液不一定是标准源。对不同 γ 能量求出多个 $\bar{L}$ 值,其算术平均值即为所用样品盒对 γ 光子的平均有效长度。

附 录 D

(资料性附录)

级联辐射引起的符合相加修正

D.1 符合相加效应

符合相加效应是指在谱仪分辨时间内,核素发射的级联 γ 光子或其他与 γ 光子产生的级联辐射有可能在探测器内同时被探测而记录为一个事件,使实际测量的有关 γ 射线全能峰面积增加或减少的现象。一般情况下只考虑级联 γ 辐射或电子俘获和内转换引起的 X 线的符合相加效应。

在效率刻度或样品测量中应尽可能设法避免或减少这种效应的影响,例如,样品放射性较强时,可以置于距探测器远的位置上测量(如 15 cm 以上,大于 25 cm 时,可以认为符合相加效应近似为零);用刻度源与待分析核素做相对应的比较测量;选择待分析核素受符合相加效应小的 γ 峰作为特征峰。但有时仍不可避免地要进行这种影响修正。

D.2 符合相加修正因子的计算方法

对点源修正,可以用单能 γ 点源,如 ^{241}Am 、 ^{109}Cd 、 ^{57}Co 、 ^{203}Hg 、 ^{137}Cs 、 ^{85}Sr 、 ^{113}Sn 、 ^{54}Mn 、 ^{65}Zn 和 ^{88}Y 等在选定的测量位置上测量峰总比 R ,得到 R 与能量 E 的关系曲线。用已知标准点源在相同条件下测量,得到全能峰效率 ϵ 和能量 E 关系曲线。由该两条曲线内插可以求出任意能量的总效率 ϵ_1 。知道了 ϵ 和 ϵ_1 ,则可以按照核素的衰变纲图、有关核参数和推导的符合相加修正因子计算公式计算出所关心的 γ 射线的符合相加修正因子 F_3 ,将测量的 γ 射线的净峰面积乘以 F_3 便得到真正的峰面积。实验中如果使用的单能 γ 点源为标准源,则可直接得到效率 ϵ 和总效率 ϵ_1 曲线,不必求峰总比 R 曲线。对体源修正,方法类似点源情况。

D.3 符合相加修正因子的实验方法

D.3.1 用一套单能 γ 射线标准溶液制备一套或一个混合 γ 源,用待确定符合相加修正因子的核素标准溶液制备一同样大小和形状的 γ 源,它们的基质都一样,但可以不同于样品或用于刻度的刻度源的基质。在相同的情况下,分别置于测量样品用的位置上获取 γ 谱,于是由单能 γ 源可得到无符合相加效应影响的峰效率与能量关系曲线,由确定符合相加修正的 γ 源可得到相应 γ 射线的具有符合相加影响的峰效率 ϵ' 。两效率之比为该 γ 射线的符合相加修正因子 F_3 ,按式(D.1)计算:

$$F_3 = \epsilon / \epsilon' \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

- F_3 ——符合相加修正因子;
- ϵ ——由曲线内插得到的相应 γ 能量的效率;
- ϵ' ——具有符合相加影响的峰效率。

该方法求效率时要使用到每种核素的活度和有关 γ 射线的发射几率,故确定的 F_3 误差较大,1 σ 的不确定度大约 2%。

D.3.2 式(D.1)效率比实际上可分解为两部分之积,一部分是峰面积之比,一部分是 γ 发射率之比,于是可导出下面式(D.2)和具体的实验方法,以减少测量误差。

D.3.3 制备若干单能 γ 射线体源和相应的点源(或混合源)。

制备待确定符合相加修正系数的核素体源和相应点源。上述各种源的几何形状、大小和基质都应相同,它们的强度与各对应的点源强度相比值应已知,因此应用同一溶液制备。

在距探测器近距离位置 C 上测量各体源 γ 谱,在远距离探测器的轴线位置 D(符合相加效应可忽略)测量各点源的 γ 谱。

用 C 位置和 D 位置各对应的单能 γ 谱的峰面积 a_C 和 a_D 及相应的发射几率获得效率比值 ϵ_C/ϵ_D 与 γ 能量 E 关系曲线。用待求符合相加修正的源和点源 γ 谱计算 C 和 D 位置上的时间与强度归一的峰面积比 a_C'/a_D' (实际为 ϵ_C'/ϵ_D')。

按式(D.2)计算 F_3 值,则 F_3 为相应源几何大小、在 C 位置上待求的 γ 射线的符合相加修正系数:

$$F_3 = \frac{\epsilon_C}{\epsilon_D} / \frac{a_C'}{a_D'} \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

F_3 ——相应源几何大小、在 C 位置上待求的 γ 射线的符合相加修正系数;

ϵ_C ——在 C 位置上,单能 γ 谱的峰效率;

ϵ_D ——在 D 位置上,单能 γ 谱的峰效率;

a_C' ——在 C 位置上,存在符合相加效应的峰面积;

a_D' ——在 D 位置上,存在符合相加效应的峰面积。

ϵ_C/ϵ_D 由效率比值曲线内插值得到。

上述实验步骤消除了活度和 γ 发射几率的误差, F_3 值可以做到 1σ 的不确定度大约为 1%。而且使用的各源溶液绝对活度不一定准确知道。

D.4 符合相加修正因子的传递

这是指借助标准实验室或权威实验室实验标准数据的传递使用修正方法。例如,假定只用 ^{152}Eu 标准源进行效率曲线刻度,这时需要的基本条件是具备一个 ^{152}Eu 体源,一个 ^{137}Cs 体源,以及一个 ^{152}Eu 点源和一个 ^{137}Cs 点源。体源的几何条件和构成应与标准实验室的一样。具体符合相加修正方法如下:

- 在效率刻度位置 C 处分别获取 ^{152}Eu 和 ^{137}Cs 体源 γ 谱;在可忽略符合相加修正的远距探测器位置 D 处(如 25 cm 处),分别获取 ^{152}Eu 和 ^{137}Cs 点源 γ 谱。这里 C 和 D 位置与标准实验室的位置类似。
- 求出 C 位置 ^{137}Cs 体源和 D 位置 ^{137}Cs 点源的 661.66 keV γ 射线的全能峰效率,分别记为 ϵ_{C2} (661.66) 和 ϵ_{D2} (661.66)。
- 求出 C 位置 ^{152}Eu 体源和 D 位置 ^{152}Eu 点源各有关 γ 射线的全能峰面积,分别记为 $a_{C2}(E_i)$ 和 $a_{D2}(E_i)$ 。
- 用标准实验室在类似 C 和 D 位置上给出 ^{137}Cs 体源和 ^{137}Cs 点源的全能峰效率 ϵ_{C1} (661.66) 和 ϵ_{D1} (661.66),按式(D.3)计算系数 $M_{\text{体}}$:

$$M_{\text{体}} = \frac{\epsilon_{C1}(661.66)}{\epsilon_{D1}(661.66)} / \frac{\epsilon_{C2}(661.66)}{\epsilon_{D2}(661.66)} \quad \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

$M_{\text{体}}$ ——计算系数;

$\epsilon_{C1}(661.66)$ ——标准实验室在类似 C 上给出的 ^{137}Cs 体源的全能峰效率;

$\epsilon_{D1}(661.66)$ ——标准实验室在类似 D 上给出的 ^{137}Cs 点源的全能峰效率;

$\epsilon_{C2}(661.66)$ ——C 位置 ^{137}Cs 体源的 661.66 keV γ 射线的全能峰效率;

$\epsilon_{D2}(661.66)$ ——D 位置 ^{137}Cs 点源的 661.66 keV γ 射线的全能峰效率。

- 用标准实验室在类似 C、D 位置上给出的 ^{152}Eu 体源和点源相应 γ 射线的全能峰面积比,

$a_{C1}(E_i)/a_{D1}(E_i)$, 和相应 γ 射线符合相加修正系数 $F_{C1}(E_i)$, 按式(D.4)计算本实验室在 C 位置的¹⁵²Eu 体标准源 γ 射线符合相加修正系数 $F_{C2}(E_i)$:

$$F_{C2}(E_i) = \left[\frac{a_{C1}(E_i)}{a_{D1}(E_i)} / \frac{a_{C2}(E_i)}{a_{D2}(E_i)} \right] M_{\text{体}} F_{C1}(E_i) \quad \dots\dots\dots (D.4)$$

式中:

$F_{C2}(E_i)$ ——在 C 位置¹⁵²Eu 体源的 γ 射线符合相加修正系数;

$a_{C1}(E_i)$ ——在类似 C 位置上给出的¹⁵²Eu 体源相应 γ 射线全能峰面积;

$a_{D1}(E_i)$ ——在类似 D 位置上给出的¹⁵²Eu 点源相应 γ 射线全能峰面积;

$a_{C2}(E_i)$ ——在 C 位置¹⁵²Eu 体源各有关 γ 射线的全能峰面积;

$a_{D2}(E_i)$ ——在 D 位置¹⁵²Eu 点源各有关 γ 射线的全能峰面积;

$M_{\text{体}}$ ——计算系数;

$F_{C1}(E_i)$ ——标准实验室相应 γ 射线符合相加修正系数。

- f) 上面实验中也可考虑分别制备混合的¹⁵²Eu 和¹³⁷Cs 体源和混合的点源。修正系数的误差主要来源于上述各峰面积的测量误差和标准实验室的 $F_{C1}(E_i)$ 的误差。

附 录 E

(资料性附录)

生物样品的干样比、灰样比和灰化时着火的临界温度范围

E.1 各种生物样品的干样比见表 E.1。

表 E.1 各种生物样品的干样比

名称	干燥方法	干样比	1 kg 干样需原样 kg	名称	干燥方法	干样比	1 kg 干样需原样 kg
菠菜	烘箱干燥	1 : 10	10	白菜	冷冻干燥	1 : 17	17
胡萝卜	烘箱干燥	1 : 9	9	胡萝卜	冷冻干燥	1 : 10	10
土豆	烘箱干燥	1 : 5	5	芹菜	冷冻干燥	1 : 16	16
白萝卜	烘箱干燥	1 : 17	17	苹果	冷冻干燥	1 : 6	6
茄子	烘箱干燥	1 : 17	17	小麦	冷冻干燥	1 : 1	1
豆角	烘箱干燥	1 : 11	11	玉米	冷冻干燥	1 : 1	1
枣	烘箱干燥	1 : 5	5	猪肉	冷冻干燥	1 : 4	4
大米	烘箱干燥	1 : 1	1	牛肉	冷冻干燥	1 : 4	4
牛肉	烘箱干燥	1 : 4	4	鱼	冷冻干燥	1 : 3	3
羊肉	烘箱干燥	1 : 4	4	鸡肉	烘箱干燥	1 : 4	4
猪肝	烘箱干燥	1 : 3	3	牛乳	烘箱干燥	1 : 8	8
大虾	烘箱干燥	1 : 4	4	海藻	烘箱干燥	1 : 6	6
虾皮	烘箱干燥	1 : 3	3	黄豆	烘箱干燥	1 : 1	1
干海带	烘箱干燥	1 : 1	1	虾蛄 (皮皮虾)	烘箱干燥	1 : 5	5
鲮鱼	烘箱干燥	1 : 3	3	螃蟹	烘箱干燥	1 : 4	4
注 1: 大米、虾皮、海带采集时为自然状态下干样,预处理时予以烘干。							
注 2: 表中数值为我国北方地区制作干粉样品的一些典型值,随样品组成和环境条件的不同,表中值可能在一定范围内波动。							

E.2 各种生物样品的灰样比见表 E.2。

表 E.2 各种生物样品的灰样比

名称	灰样比	10 g 灰需原样 kg	名称	灰样比	10 g 灰需原样 kg
豆类(干)	1 : 38.0	0.3	大米	1 : 6.5	1.5
蛋类(带壳)	1 : 10.0	1.0	小麦	1 : 17.0	0.6
面粉	1 : 9.1	2.1	干草(干菜)	1 : 23.0	0.44
玉米	1 : 12.0	—	鱼类	1 : 13.0	0.8

表 E.2 (续)

名称	灰样比	10 g 灰需原样 kg	名称	灰样比	10 g 灰需原样 kg
鲤鱼	1 : 12.0	—	广柑	1 : 4.1	—
贝壳类	1 : 18.0	0.6	茶叶	1 : 56.0	—
马尾藻	1 : 38.0	—	蔬菜(鲜)	1 : 7.5	1.3
肉类	1 : 9.2	1.1	蔬菜(根类)	1 : 7.6	1.3
猪肉	1 : 5.6	—	菠菜	1 : 15.0	—
家禽	1 : 8.1	1.2	白菜	1 : 7.3	—
土豆	1 : 11.0	0.9	萝卜	1 : 8.4	—
通心粉	1 : 7.0	1.4	茄子	1 : 5.5	—
香蕉	1 : 8.0	—	奶	1 : 7.2	1.4
水果(罐头)	1 : 2.7	3.7	奶粉	1 : 60.0	0.2
水果(鲜)	1 : 6.2	1.6	脱脂奶粉	1 : 110.0	0.1
苹果	1 : 3.5	—	面包(白)	1 : 21.0	0.5
注：表中数据取自 IAEA Technical Report Series No.295(1989)。					

E.3 各类样品灰化时着火的临界温度范围见表 E.3。

表 E.3 各类样品灰化时着火的临界温度范围

名称	温度 ℃	名称	温度 ℃
蛋	150~250	根类蔬菜	200~325
肉	150~250	牧草	200~250
鱼	150~250	面粉	175~250
水果(鲜)	175~325	干豆类	175~250
水果(罐头)	175~325	水果汁	175~225
牛奶	175~325	谷物	225~325
蔬菜(罐头)	175~225	通心粉	225~325
蔬菜(鲜)	175~225	面包	225~325
注 1：表中数据取自 IAEA Technical Report Series No.295(1989)。			
注 2：表中某类生物样品中可能含有多个品种，其中所含的成分不尽相同，使得其初始着火温度范围较大。			

附 录 F
(资料性附录)

生物样品 γ 能谱分析方法中存在的可能干扰核素及 γ 射线

生物样品 γ 能谱分析方法中存在的可能干扰核素及 γ 射线列于表 F.1。

表 F.1 生物样品 γ 能谱分析方法中存在的可能干扰核素及 γ 射线

核素	能量 keV	发射几率 %	半衰期 d	干扰核素	能量 keV	发射几率 %	半衰期 d
^{51}Cr	320.084	9.85	27.71	^{239}Np	315.88	1.3	2.35
				^{105}Rh	319.24	19.6	1.50
				^{147}Nd	319.4	2.2	11.06
				^{223}Ra	324.1	4	半衰期同 ^{235}U
				^{219}Rn	324.1	4	半衰期同 ^{235}U
^{54}Mn	834.843	99.975	312.5	^{211}Bi	831.8	3.3	半衰期同 ^{235}U
				^{234}Pa	831.8	5.7	半衰期同 ^{238}U
				^{211}Pb	831.8	3	半衰期同 ^{235}U
				^{228}Ac	835.6	1.5	半衰期同 ^{232}Th
^{57}Co	122.061 4	85.59	271.84	^{239}Np	117.7	6.3	2.35
				^{239}Np	120.7	2.3	2.35
				^{223}Ra	122.4	1.1	半衰期同 ^{235}U
				^{219}Rn	122.4	1.1	半衰期同 ^{235}U
^{58}Co	810.775	99.45	70.78	^{234}Pa	806.2	3.3	半衰期同 ^{238}U
^{59}Fe	1 099.251	56.1	44.53	—	—	—	—
	1 291.569	43.6	44.53	—	—	—	—
^{60}Co	1 173.238	99.9	1 925.5	—	—	—	—
	1 332.49	99.982 4	1 925.5	—	—	—	—
^{65}Zn	1 115.546	50.4	243.9	^{214}Bi	1 120.4	13.6	半衰期同 ^{238}U
				^{46}Sc	1 120.545	100	83.80
^{95}Zr	724.199	44	64.09	^{126}Sb	720.4	56	12.5
				^{143}Ce	722.0	4.5	1.40
				^{124}Sb	722.78	11.26	60.2
				^{127}Sb	723.0	1.8	3.85
				^{212}Bi	727.17	6.5	半衰期同 ^{232}Th
	756.729	54.3	64.09	^{140}La	751.79	4.41	1.677 9
^{95}Nb	765.8	99.8	35.0	$^{110\text{m}}\text{Ag}$	763.928	22.4	249.79
				^{214}Bi	768.7	4.2	半衰期同 ^{238}U

表 F.1 (续)

核素	能量 keV	发射几率 %	半衰期 d	干扰核素	能量 keV	发射几率 %	半衰期 d
¹⁰³ Ru	497.080	90.9	39.272	¹¹⁵ Cd	492.29	8.1	2.23
^{110m} Ag	657.749	94.652	249.79	¹²⁶ Sb	656.2	2.8	12.5
				¹³⁷ Cs	661.66	85.0	10 958
	884.667	73.4	249.79	²³⁴ Pa	880.8	13.0	半衰期同 ²³⁸ U
				²³⁴ Pa	883.2	12.0	半衰期同 ²³⁸ U
				⁴⁶ Sc	889.277	100.0	83.8
	1 384.27	24.7	249.79	—	—	—	—
¹²⁴ Sb	602.72	97.92	60.2	¹²⁵ Sb	600.557	17.8	1 008.1
				¹²⁷ Sb	603.6	4.2	3.85
				¹⁹² Ir	604.414	8.19	73.831
				¹³⁴ Cs	604.699	97.6	754.2
				¹²⁶ Sb	605	2.4	12.5
				¹²⁵ Sb	606.641	5.02	1 008.1
	1 691.02	48.8	60.2	—	—	—	—
¹²⁵ Sb	176.334	6.89	1 008.1	¹³⁶ Cs	176.75	13.2	13.7
				⁹⁹ Mo	181.057	6.03	2.747 6
	427.889	29.33	1 008.1	¹⁴⁰ Ba	423.69	3.15	12.751
				²¹¹ Bi	426.9	1.9	半衰期同 ²³⁵ U
				²¹¹ Pb	427.1	1.9	半衰期同 ²³⁵ U
				¹⁴⁰ La	432.55	2.99	1.677 9
				¹²⁴ Sb	602.72	97.92	60.2
	600.57	17.8	1 008.1	¹²⁷ Sb	603.6	4.2	3.85
				¹⁹² Ir	604.414	8.19	73.831
				¹³⁴ Cs	604.699	97.6	754.2
				¹²⁶ Sb	605.0	2.4	12.5
				¹³¹ I	636.973	7.12	8.021
	635.895	11.32	1 008.1				
¹³¹ I	364.48	81.6	8.021	²¹⁰ Tl	360.0	4	半衰期同 ²³⁸ U
				⁹⁹ Mo	366.421	1.22	2.747 6
				²³⁴ Pa	369.8	3.4	半衰期同 ²³⁸ U
¹³⁴ Cs	604.699	97.6	754.2	¹²⁵ Sb	600.557	17.8	1 008.1
				¹²⁴ Sb	602.72	97.92	60.2
				¹²⁷ Sb	603.6	4.2	3.85
				¹⁹² Ir	604.414	8.19	73.831

表 F.1 (续)

核素	能量 keV	发射几率 %	半衰期 d	干扰核素	能量 keV	发射几率 %	半衰期 d
¹³⁴ Cs	604.699	97.6	754.2	¹²⁶ Sb	605.0	2.4	12.5
				¹²⁵ Sb	606.641	5.02	1 008.1
				²¹⁴ Bi	609.3	41.2	半衰期同 ²³⁸ U
				^{131m} Te	793.6	15.9	1.25
	795.845	85.4	754.2	²¹⁰ Tl	795.0	100	半衰期同 ²³⁸ U
				²²⁸ Ac	795.0	3.9	半衰期同 ²³² Th
				²³⁴ Pa	796.6	3.9	半衰期同 ²³⁸ U
¹³⁷ Cs	661.66	85	10 958	^{100m} Ag	657.749	94.65	249.79
				¹⁴³ Ce	664.0	5	1.40
				^{131m} Te	665.0	3.5	1.25
				²¹⁴ Bi	666.0	2.2	半衰期同 ²³⁸ U
				¹²⁶ Sb	666.2	100	12.5
¹⁴¹ Ce	145.444 2	48.9	32.5	^{99m} Tc	140.466	88.96	2.747 6
				²³⁸ U	143.78	9.7	2.57×10 ¹¹
				²¹⁹ Rn	144.3	3.2	半衰期同 ²³⁵ U
				²²³ Ra	144.3	3.2	半衰期同 ²³⁵ U
				^{131m} Te	149.7	24.2	1.25
¹⁴⁴ Ce	133.544	11.09	284.45	²²⁸ Ac	129.1	2.1	半衰期同 ²³² Th
				²³⁴ Pa	131.2	20	半衰期同 ²³⁸ U
				⁵⁷ Co	136.474 3	10.58	271.84
注 1: 表中所有数据来源于原子能出版社出版的《食物和环境样品中放射性核素的测量与评价》,列出了用 HPGe γ 能谱分析技术测定生物样品中的 γ 放射性核素时可能存在的干扰核素和 γ 射线。它们被入选的原则是其能量偏差 ΔE 在 ± 5 keV 范围以内;半衰期 ≥ 1 d; γ 发射几率 ≥ 0.01 。							
注 2: 表中 ²³⁵ U、 ²³⁸ U、 ²³² Th的子体核素在平衡状态下,其半衰期可用母体核素代替。							

附 录 G

(资料性附录)

生物样品 γ 谱分析中不确定度评定方法举例

G.1 不确定度的主要来源

生物样品 γ 谱分析中不确定度的主要来源及典型值列在表 G.1 中。

表 G.1 生物样品 γ 谱分析中不确定度的主要来源

不确定度来源	典型不确定度范围 %	典型不确定度 %
计数	0.1~20	5
γ 发射几率	0.1~11	<2
自吸收修正	0.1~5	<1
符合相加修正	1~15	<3
半衰期	0.01~1	<0.2
效率刻度	1~5	2
放射化学操作	1~10	3
样品称重	0.01~1	<0.5
注：数据来源于 IAEA-TECDOC-1401:2004。		

G.2 不确定度评定举例

G.2.1 例 1

例 1 的 γ 谱分析情况描述如下：

- a) 技术：使用同轴型高纯锗 (HPGe) γ 能谱仪 (相对效率 150%) 进行 γ 谱测定，使用含不同 γ 射线能量的标准混合放射性核素进行效率计算；
- b) 样品：样品质量为 70 g，在形状为 $\phi 7.9\text{ cm} \times 1.0\text{ cm}$ 的样品盒中分析，将样品冷冻干燥，研磨，均质化并筛分；
- c) 分析核素： ^{40}K ；
- d) 测量的量： ^{40}K 的活度浓度；
- e) 不确定度来源：这个例子的不确定度来源列于表 G.2；
- f) 评定结果：测量值 (核素活度浓度) $A = 7.1\text{ Bq/kg}$ 。

例 1 的不确定度评定结果列于表 G.3。

表 G.2 生物样品⁴⁰K 分析中不确定性的来源及其量化

不确定度分量		标准不确定度	
符号	不确定度来源	估算方法	相对值 %
u_{B1} (样品 制备)	样品质量	按制造商数据重复称重或估计,假设高斯分布	0.15
	样品损失或污染	属非破坏性分析,可忽略	
	样品不均匀性	基于以前的经验,这个样本量时可以忽略不计	
	样品浓缩	未使用	
u_A (计数)	效率刻度	使用商业软件从拟合的校准曲线估计	2.8
	仪器的稳定性	由于使用的设备保持在稳定的环境,可忽略其贡献	
	样品和标准源几何形状的差异	样本和标准计数几何形状没有差异,对不确定性没有贡献	
u_{B2} (衰变 修正)	采样时刻到样品测量时刻的衰变修正	从表达式估计,可忽略其贡献	0
	测量过程中的衰变修正	从表达式估计,可忽略其贡献	
u_{B3}	自吸收修正	需要时根据蒙特卡罗模拟进行估计	1.3
u_{B4}	随机符合修正	从表达式估计,低计数率时其贡献可忽略不计	0
u_{B5}	级联符合修正	需要时根据蒙特卡罗模拟进行估计	0
u_{B6}	样品峰净面积的本底修正	当为泊松分布时根据测量结果(本底和样品)估计	8.2
u_{B7}	γ 发射几率	基于核衰变数据,假设高斯分布	1.0
注:信息来自 IAEA-TECDOC-1401;2004。			

表 G.3 生物样品⁴⁰K 分析中不确定度的评定结果

不确定度分量		各分量的相对标准 不确定度 %	各不确定度分量的 平方值 %	各不确定度分量对合成不确定度 的百分贡献 %
符号	分量类别			
u_{B1}	样品制备	0.15	0.022 5	0.03
u_A	计数	2.8	7.84	10.1
u_{B2}	核衰变修正	0	0	0
u_{B3}	自衰减修正	1.3	1.69	2.17
u_{B4}	随机求和的修正	0	0	0
u_{B5}	符合修正	0	0	0
u_{B6}	样品峰净面积的本底修正	8.2	67.24	86.4
u_{B7}	γ 发射几率	1	1	1.29
—	—	—	77.79(合计)	—
注:数据是基于 IAEA-TECDOC-1401;2004 重新估算的。				

由表 G.3 各分量的相对标准不确定度的平方和再开平方可得到相对合成不确定度 $u_c = 8.8\%$ 。

相对扩展不确定度 $U=18\%$ (包含因子 $k=2$)。

测量值(核素活度浓度) $A=7.1\text{ Bq/kg}$ 。

测量值±扩展不确定度 $=7.1\pm1.3\text{ Bq/kg}$ 。

G.2.2 例 2

例 2 的 γ 谱分析情况描述如下：

- a) 技术:使用同轴探测器的高纯锗(HPGe) γ 能谱仪(相对效率 150%)进行 γ 谱测定,使用蒙特卡罗模拟进行效率计算,使用软件进行符合和自衰减修正;
- b) 样品:样品质量为 70 g,在形状为 $\phi 7.9\text{ cm}\times 1.0\text{ cm}$ 的样品盒中分析,将样品冷冻干燥,研磨,均质化并筛分;
- c) 分析核素: ^{60}Co ;
- d) 测量的量: ^{60}Co 的活度浓度;
- e) 不确定度来源:这个例子的不确定度来源列于表 G.4;
- f) 评定结果:测量值(核素活度浓度) $A=2.3\text{ Bq/kg}$ 。

例 2 的不确定度评定结果列于表 G.5。

表 G.4 生物样品 ^{60}Co 分析中不确定性的来源及其量化

不确定度分量		标准不确定度	
符号	不确定度来源	估算方法	相对值 %
u_{B1} (样品 制备)	样品质量	按制造商数据重复称重或估计,假设高斯分布	0.15
	样品损失或污染	属非破坏性分析,可忽略	
	样品不均匀性	基于以前的经验,这个样本量时可以忽略不计	
	样品浓缩	未使用	
u_A (计数)	效率刻度	使用商业软件从拟合的校准曲线估计	2.0
	仪器的稳定性	由于使用的设备保持在稳定的环境,可忽略其贡献	
	样品和标准源几何形状的差异	样本和标准计数几何形状没有差异,对不确定性没有贡献	
u_{B2} (衰变 修正)	采样时刻到样品测量时刻的衰变修正	从表达式估计,可忽略其贡献	0
	测量过程中的衰变修正	从表达式估计,可忽略其贡献	
u_{B3}	自吸收修正	需要时根据蒙特卡罗模拟进行估计	1.0
u_{B4}	随机符合修正	从表达式估计,低计数率时其贡献可忽略不计	0
u_{B5}	级联符合修正	需要时根据蒙特卡罗模拟进行估计	1.5
u_{B6}	样品峰净面积的本底修正	当为泊松分布时根据测量结果(本底和样品)估计	4.1
u_{B7}	γ 发射几率	基于核衰变数据,假设高斯分布	0.022
注:信息来自 IAEA-TECDOC-1401;2004。			

表 G.5 生物样品⁶⁰Co 分析中不确定度的评定结果

不确定度分量		各分量的相对标准 不确定度 %	各不确定度分量的 平方值 %	各不确定度分量对合成 不确定度的百分贡献 %
符号	分量类别			
u_{B1}	样品制备	0.15	0.022 5	0.09
u_A	计数	2.0	4.0	16.6
u_{B2}	核衰变修正	0	0	0
u_{B3}	自衰减修正	1.0	1.0	4.15
u_{B4}	随机求和的修正	0	0	0
u_{B5}	符合修正	1.5	2.25	9.34
u_{B6}	样品峰净面积的本底修正	4.1	16.81	69.8
u_{B7}	γ 发射几率	0.022	0.000 484	0.002
—	—	—	24.08(合计)	—
注：数据是基于 IAEA-TECDOC-1401:2004 重新估算的。				

由表 G.5 各分量的相对标准不确定度的平方和再开平方可得到相对合成不确定度 $u_c = 4.9\%$ 。

相对扩展不确定度 $U = 9.8\%$ (包含因子 $k = 2$)。

测量值(核素活度浓度) $A = 2.3 \text{ Bq/kg}$ 。

测量值 $\pm$ 扩展不确定度 $= (2.3 \pm 0.22) \text{ Bq/kg}$ 。

G.2.3 例 3

例 3 的 γ 谱分析情况描述如下：

- 技术：使用同轴探测器的高纯锗(HPGe) γ 能谱仪(相对效率 150%)进行 γ 谱测定,使用含不同 γ 射线能量的标准混合放射性核素进行效率计算；
- 样品：样品质量为 70 g,在形状为 $\phi 7.9 \text{ cm} \times 1.0 \text{ cm}$ 的样品盒中分析,将样品冷冻干燥,研磨,均质化并筛分；
- 分析核素：¹³⁷Cs；
- 测量的量：¹³⁷Cs 的活度浓度；
- 不确定度来源：这个例子的不确定度来源列于表 G.6；
- 评定结果：测量值(核素活度浓度) $A = 16.9 \text{ Bq/kg}$ 。

例 3 的不确定度评定结果列于表 G.7。

表 G.6 生物样品¹³⁷Cs 分析中不确定性的来源及其量化

不确定度分量		标准不确定度	
符号	不确定度来源	估算方法	相对值 %
u_{B1} (样品 制备)	样品质量	按制造商数据重复称重或估计,假设高斯分布	0.15
	样品损失或污染	属非破坏性分析,可忽略	
	样品不均匀性	基于以前的经验,这个样本量时可以忽略不计	
	样品浓缩	未使用	

表 G.6 (续)

不确定度分量		标准不确定度	
符号	不确定度来源	估算方法	相对值 %
u_A (计数)	效率刻度	使用商业软件从拟合的校准曲线估计	6.0
	仪器的稳定性	由于使用的设备保持在稳定的环境,可忽略其贡献	
	样品和标准源几何形状的差异	样本和标准计数几何形状没有差异,对不确定性没有贡献	
u_{B2} (衰变修正)	采样时刻到样品测量时刻的衰变修正	从表达式估计,可忽略其贡献	0
	测量过程中的衰变修正	从表达式估计,可忽略其贡献	
u_{B3}	自吸收修正	需要时根据蒙特卡罗模拟进行估计	2.0
u_{B4}	随机符合修正	从表达式估计,低计数率时其贡献可忽略不计	0
u_{B5}	级联符合修正	需要时根据蒙特卡罗模拟进行估计	0
u_{B6}	样品峰净面积的本底修正	当为泊松分布时根据测量结果(本底和样品)估计	3.2
u_{B7}	γ 发射几率	基于核衰变数据,假设高斯分布	0.24
注:信息来自 IAEA-TECDOC-1401:2004。			

表 G.7 生物样品 ^{137}Cs 分析中不确定度的评定结果

不确定度分量		各分量的相对标准 不确定度 %	各不确定度分量的 平方值 %	各不确定度分量对合成 不确定度的百分贡献 %
符号	分量类别			
u_{B1}	样品制备	0.15	0.022 5	0.05
u_A	计数	6.0	36	71.5
u_{B2}	核衰变修正	0	0	0
u_{B3}	自衰减修正	2.0	4	7.9
u_{B4}	随机求和的修正	0	0	0
u_{B5}	符合修正	0	0	0
u_{B6}	样品峰净面积的本底修正	3.2	10.24	20.4
u_{B7}	γ 发射几率	0.24	0.057 6	0.11
—	—	—	50.32(合计)	—
注:数据基于 IAEA-TECDOC-1401:2004 重新估算。				

由表 G.7 各分量的相对标准不确定度的平方和再开平方可得到相对合成不确定度 $u_c=7.1\%$ 。
相对扩展不确定度 $U=14.2\%$ (包含因子 $k=2$)。
测量值(核素活度浓度) $A=16.9\text{ Bq/kg}$ 。
测量值±扩展不确定度 $= (16.9\pm2.4)\text{Bq/kg}$ 。

附 录 H

(资料性附录)

判断限和探测限

H.1 判断限 A_c

H.1.1 在 γ 能谱仪测量过程中,核素的活度浓度判断限可按式(H.1)来计算:

$$A_c = \frac{K_\alpha \sigma_0}{\epsilon P m} \dots\dots\dots (H.1)$$

式中:

A_c ——判断限,单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);

K_α ——与第一类错误判断几率 α (预先给定)有关的一个常数;

σ_0 ——样品净计数率(通常为净峰面积或道群的净计数率)的标准偏差;

ϵ —— γ 射线全能峰探测效率;

P —— γ 射线发射几率;

m ——被分析样品的质量或体积,单位为千克(kg)或升(L)。

H.1.2 判断限 A_c 只作样品中“有”该核素的判据,不能作“无”该核素的判据。通常取 K_α 为 1.645 (发生第一类错误概率为 5%,置信度为 95%), σ_0 取 $\sqrt{2}$ 倍于选用峰区内本底计数率标准差($\sqrt{n_b/T}$),这时 A_c 可按式(H.2)来计算:

$$A_c = \frac{2.33}{\epsilon P m} \sqrt{n_b/T} \dots\dots\dots (H.2)$$

式中:

A_c ——判断限,单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);

ϵ —— γ 射线全能峰探测效率;

P —— γ 射线发射几率;

m ——被分析样品的质量或体积,单位为千克(kg)或升(L);

n_b —— T 时间内测量的选用能区内的本底计数率,它包括探测器及其周围环境中核素引起的干扰峰计数率(如果存在的话)和样品中其他高能 γ 发射体的连续谱的贡献;

T ——测量活时间,单位为秒(s)。

H.2 探测下限 A_D

在 γ 能谱仪测量过程中,核素的活度浓度探测下限可按式(H.3)来计算:

$$A_D = 2A_c = \frac{4.66}{\epsilon P m} \sqrt{n_b/T} \dots\dots\dots (H.3)$$

式中:

A_D ——探测下限,单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);

A_c ——判断限,单位为贝可每千克(Bq/kg)或贝可每升(Bq/L);

ϵ —— γ 射线全能峰探测效率;

P —— γ 射线发射几率;

m ——被分析样品的质量或体积,单位为千克(kg)或升(L);

n_b —— T 时间内测量的选用能区内的本底计数率,它包括探测器及其周围环境中核素引起的干扰峰计数率(如果存在的话)和样品中其他高能 γ 发射体的连续谱的贡献;

T ——样品谱的测量活时间,单位为秒(s)。

式(H.3)表示对某核素最小可探测活度浓度,置信度为 95%,发生第一、二类错误概率为 5%(相应 $K_\alpha = K_\beta = 1.645$)。

参 考 文 献

- [1] GB/T 11713—2015 高纯锗 γ 能谱分析通用方法
 - [2] GB/T 11743—2013 土壤中放射性核素的 γ 能谱分析方法
 - [3] GB 18871—2002 电离辐射防护与辐射源安全基本标准
 - [4] 任天山. 食物和环境样品中放射性核素的测量与评价[M].北京:原子能出版社,1992.
 - [5] Measurement of radionuclides in food and the environment. Technical report series No. 295 [R].Vienna:IAEA,1989.
 - [6] FDA.Determination of gamma-ray emitting radionuclides in foods by high-purity germanium spectrometry, FDA office of regulatory affairs, Winchester Engineering and Analytical Center, WEAC.RN.Method.3.0, Version 7.1[R].Washington:FDA,2010.
 - [7] NIST.Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients from 1 keV to 20 MeV for Elements $Z=1$ to 92 and 48 Additional Substances of Dosimetric Interest. NISTIR 5632.[MD].Gaithersburg:NIST,1995.
 - [8] IAEA-TECDOC-1401:2004 QuAntifying uncertainty in nuclear analytical measurements.
-