

中华人民共和国国家标准

生物样品中放射性核素的 γ 能谱 分析方法

GB/T 16145—1995

Gamma spectrometry method of analysing
radionuclides in biological samples

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用锗[HPGe, Ge(Li)]或碘化钠[NaI(Tl)] γ 能谱仪分析生物样品中放射性 γ 核素的方法。

本标准适用于活度高于探测限的放射性 γ 核素的生物样品。除了采样制样部分外,本标准规定的 γ 谱分析方法原则上也适用于其他非生物样品。

2 术语

生物样品 biological sample

本标准中生物样品系指陆生动植物(如粮食作物、蔬菜、茶叶、牧草、牛奶、食品、家畜、家禽、指示性野生动植物),水生生物(如海洋或淡水中的浮游生物、水底生物、海藻和水中附着生物),以及人和动物的排泄物等。

3 方法概要

把制成一定几何形状的生物样品置于谱仪系统的锗或碘化钠探测器的适当位置,获取样品 γ 谱并确定全能峰位置和净峰面积,根据 γ 谱仪能量刻度系数、全能峰效率刻度系数、 γ 射线的发射几率、样品质量(或体积)以及有关参数或修正系数等确定样品中含有的放射性核素种类和其比活度。

4 仪器设备

4.1 γ 谱仪

由前置放大器、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。

4.2 探测器

a. 使用锗探测器时,探测器探测效率应尽量高(相对效率最好大于20%)。对 ^{60}Co 1332 keV γ 射线的能量分辨率应小于2.5 keV。分析器应不小于4096道;

b. 使用碘化钠探测器时,最好选用不小于 $\phi 7.5\text{ cm} \times 7.5\text{ cm}$ 含低钾圆柱形NaI(Tl)晶体和低噪声光电倍增管组成的低本底 γ 探头,对 ^{137}Cs 662 keV的 γ 射线全能峰分辨率小于9%。脉冲幅度分析器道数不小于256道;

c. 在样品量很少,放射性比活度又低的情况下,可使用井型探测器或低本底反符合屏蔽/康普顿抑制探测系统。

4.3 探测器屏蔽室

一般选用低放射性的铅或钢铁作屏蔽物质,壁厚为10~15 cm铅当量,内腔大小一般为40 cm \times

国家技术监督局1995-12-15批准

1996-07-01实施

40 cm×50 cm~80 cm×80 cm×100 cm(或内腔容积近似的圆柱形)。有条件时内壁从外向里依次衬有适当厚度的镭、铜、有机玻璃或汞,例如,0.8~1.6 mm 镭,0.2~0.4 mm 铜等。

4.4 试剂

选用分析纯的酸(HNO₃, HCl 等)、络合剂或稳定性同位素载体,以及其他一些有关化学试剂,用于防止某些放射性核素在样品预处理过程中挥发损失或被容器器壁吸附。

4.5 γ 标准源和 γ 放射性标准溶液

适用于谱仪能量和效率刻度用的核素通常是²⁴¹Am、¹³³Ba、¹⁰⁹Cd、⁵⁷Co、¹³⁹Ce、⁵¹Cr、¹³⁷Cs、⁵⁴Mn、⁶⁵Zn、⁶⁰Co、⁸⁸Y、¹⁵²Eu、¹⁸²Ta 等。标准溶液或标准源的总不确定度应小于 5%(3 σ)。

4.6 样品盒及制样器具

根据不同情况选用合适的样品盒,压样模具或压板。附录 D(参考件)给出了适合测量低比活度样品用的两种类型样品盒。

5 谱仪系统的能量刻度

5.1 能量刻度 γ 源选择

5.1.1 选择能量精确知道,半衰期较长,能量分布比较均匀,范围较大(如 60 keV~3 000 keV,但对谱仪一般 60 keV~2 000 keV 即可)的 γ 源(参见 4.5)。

5.1.2 γ 源可以是一个多种核素混合的发射多种能量 γ 射线或是一个单一核素发射多种能量 γ 射线的点源或体源,也可以是一套只发射一、两种 γ 射线的单一核素 γ 点源或体源。

5.1.3 当自制混合源时,应根据探测器的效率和选用核素的 γ 射线的发射几率估算混合源中各核素应加的量,以使一次测量的混合 γ 刻度谱中被选用的有关 γ 射线的全能峰面积几乎能同时达到一定的统计性要求。

5.2 能量刻度 γ 谱的获取

将谱仪系统调至合适的工作状态并待稳定后,将 γ 源置于探测器适当位置,并在保证不发生严重堆积效应的条件下(总计数率<1 000 计数/秒)获取一个至少包含四个孤立峰,其面积统计性又符合要求的混合 γ 谱。

5.3 能量刻度曲线的确定

5.3.1 将包括峰的谱段平滑后,确定峰位,常见方法见附录 E(参考件)。

5.3.2 在一系列峰位 P 和能量 E 对应点:(P_j, E_j), $j=1, 2, \dots, N$ 确定后,能量刻度曲线可用下列三种方法之一确定:

a. 假定峰位和能量之间关系满足下列多项式,即:

$$E = a_0 + a_1P^1 + a_2P^2 + \dots + a_nP^n \quad \dots\dots\dots (1)$$

利用上述多项式对已知的数据作最小二乘法拟合,确定系数 a_0, a_1, \dots, a_n 。一般情况下,取二次或一次多项式作拟合即可。

b. 假定峰位和能量之间的关系是逐段线性的,即:

$$E = E_j + \frac{P - P_j}{P_{j+1} - P_j}(E_{j+1} - E_j) \quad \dots\dots\dots (2)$$

其中 $P_1 < P_2 < \dots < P_N$; $P_j < P < P_{j+1}$ 。对任何一个峰位置,先确定它在哪个区间,再用插入法根据上面关系式求出对应的能量。

c. 实验要求不太精确时可用目测法确定一组峰位和对应的能量,在直角坐标纸上作图并对数据拟合。

6 谱仪系统的效率刻度

探测效率的刻度即指在给定测量条件下,建立 γ 射线能量与其全能峰效率关系曲线,或者确定一些

具体核素刻度系数。

6.1 全能峰效率刻度方法

6.1.1 效率刻度源

原则上必须选定(或自己制备)与待测样品的几何形状和大小完全相同,基质一样或类似,质量密度相等,核素含量和能量都准确知道,以及源容器材料和样品盒材料相同的 γ 刻度源。刻度源的活度总不确定度应 $<7\%(3\sigma)$,且具备良好的均匀性和稳定性,源活度一般为被测样品的10~30倍。

6.1.2 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将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 谱中用于刻度的最小净峰面积计数统计误差小于 $0.5\%(2\sigma)$ 。必要时重复测量2~3次。

6.1.3 峰面积分析和效率计算

采用与样品谱相同的谱分析方法或程序,计算刻度 γ 谱中各 γ 射线净全能峰面积计数率,然后按下面公式计算 γ 射线能量为 E 的探测效率 $\epsilon(E)$:

$$\epsilon(E) = \frac{a_s}{PA_0 e^{-\lambda \Delta t}} = \frac{a_s}{R} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: a_s —— t 时刻测量的相应 γ 射线能量为 E 的净峰面积计数率, s^{-1} ;

A_0 —— t_0 时刻刻度源相应核素的活度, Bq ;

P ——相应 γ 射线的发射几率;

λ ——核素的衰变常数, s^{-1} ;

Δt ——刻度源衰变时间,即源制备时刻(t_0)至测量时刻(t)的时间间隔, s ;

R —— t 时刻该 γ 射线的发射率, s^{-1} (它等于 $PA_0 e^{-\lambda \Delta t}$)。

6.1.4 效率曲线拟合

在一组全能峰效率 $\epsilon(E)$ 和相应能量 E 实验点确定后,效率曲线利用式(4)作加权最小二乘法拟合,求出待定参数 a_0, a_1, \dots, a_{N-1} 后,对任意 γ 能量的全能峰效率再由式(4)求得:

$$\log \epsilon(E) = \sum_{i=1}^{N-1} a_i (\log E)^i \quad \dots\dots\dots (4)$$

对谱仪,在双对数坐标纸上绘出的全能峰效率曲线形状如下图所示。曲线常常分两段拟合,大约在150~300 keV处有个“接点” E_c ,对 γ 能量 $E < E_c$ 的低能段,当实验效率点 ≥ 6 时,上式拟合阶数 $(N-1)$ 可取3;当有3~5个实验效率点时,阶数可取2。对 $E > E_c$ 的高能段,有6或7个实验点时,拟合阶数可取3;大于8个点取4,在3~5个点时取2。对于NaI(Tl)探测器,当能量大于200 keV时,在双对数坐标纸上全能峰效率与能量关系近似为一条直线。