

一次铀分析仪自校准实施过程及结果分析

王蕾,于海林

山东省辐射环境管理站,山东 济南 250117

摘要: 目的 对 BD11-MUA 型铀分析仪的一次自校准的实施方法和实验结果进行分析。方法 根据 BD11-MUA 型铀分析仪结构原理和自校准技术要求,对仪器的结构与外观及仪器线性、检出下限、精密度、稳定性 4 个参数进行分析。结果 BD11-MUA 型铀分析仪线性、精密度、稳定性等指标符合仪器管理的标准。结论 该仪器运行正常,量值准确,测量过程处于受控状态。

关键词: BD11-MUA 型铀分析仪;自校准;参数;受控状态

中图分类号: R144 文献标识码: B 文章编号: 1004-714X(2016)06-0732-03

DOI:10.13491/j.cnki.issn.1004-714x.2016.06.033

铀是存在于自然界中的一种稀有化学元素,具有放射性。随着人们防辐射意识的增强,放射性污染成为社会关注的热点,其中对铀的监测不可缺少。BD11-MUA 型铀分析仪用于地表水、海水、饮用水等各种水样中铀的激光液体荧光测定。固体样品用适当方法转化为液体后,也可测量。根据 BD11-MUA 型铀分析仪结构原理和自检定工作要求,对仪器的结构与外观及仪器线性、检出下限、精密度、稳定性 4 个参数进行考察。以确保仪器运行正常,为客户提供公正、准确、可靠的数据。

1 材料与方法

1.1 监测依据 ①《MUA 型微量铀分析仪使用说明

作者简介:王蕾,女,从事辐射环境监测工作。

量虽然明显低于常规剂量组,但是在一些较为复杂的诊疗过程中,低剂量扫描条件并不能满足诊疗需要,一些病灶区域只能通过常规条件或更高的条件来实现^[7],这样很可能造成重复照射,反而增加了患者的辐照危险系数。所以一味的追求低剂量并不现实。

由此可见,合理减少 CT 检查所致受检者剂量是个复杂的问题,需要放射防护机构、医疗器械研发生产单位以及临床医疗部门等各专业的协作,进一步深入开展 CT 检查的影像质量与所致受检者剂量的优化研究,建立科学实用的放射诊断的医疗照射参考(指导)水平。

参考文献

- [1] United Nations Scientific Committee on the Effects of Atomic Radiation. Medical radiation exposures: UNSCEAR 2000 report to the Gen-

eral Assembly[M]. New York, NY: United Nations, 2000: 295-495.

[2] Linton OW, Mettler FA Jr. National Conference on Dose Reduction in CT, With an Emphasis on Pediatric Patients[J]. AJR Am J Roentgenol, 2007, 181(2): 321-329.

1.2 术语

1.2.1 检出下限 $D \cdot L$ 表征铀(U)荧光强度 F 的变化与所测浓度 C 值的变化之比,即:

$$Su = \Delta F / \Delta C \quad (1)$$

指在给定置信度下,仪器能够检测出的最小浓度 $D \cdot L$,由下式表示:

$$D \cdot L = 3S / Su \quad (2)$$

式中: S - 测量值的标准偏差。

1.2.2 铀荧光增强剂 在特定的化学体系中,能增强铀的受激发光强度的试剂称为铀荧光增强剂。

1.2.3 精密度 用浓度为 $0.1 \mu\text{g/L}$ 的铀标准溶液,加铀荧光增强剂测量十次。设每次测量的荧光读数

eral Assembly[M]. New York, NY: United Nations, 2000: 295-495.

- [2] Linton OW, Mettler FA Jr. National Conference on Dose Reduction in CT, With an Emphasis on Pediatric Patients[J]. AJR Am J Roentgenol, 2007, 181(2): 321-329.
- [3] ICRP. ICRP Publication 102 Managing Patient Dose in Multidetector Computed Tomography [M]. Oxford: Pergamon Press, 2007.
- [4] Oh HY, Kim EY, Kim JE, et al. Trends of CT Use in the Pediatric Emergency Department in a Tertiary Academic Hospital of Korea during 2001-2010. Korean J Radiol, 2012, 13: 771-5.
- [5] UNSCEAR. UNSCEAR 2008 Report Sources and Effects of Ionizing Radiation, Vol. I [M]. New York: UN, 2010.
- [6] 高林峰,郑钧正,卓维海,等.医用 X 射线 CT 主要检查类型所致成年受检者剂量研究[J].辐射防护,2013, 33(2): 75-80.
- [7] Lucey BC, Varghese JC, Hochberg A, et al. CT-guided Intervention with Low Radiation Dose: Feasibility and Experience [J]. Am J Roentgenol, 2007, 188: 1187-1194.

收稿日期: 2016-09-23 修回日期: 2016-10-28

为 F_i , 求取标准偏差 S , 由公式 (3) 计算其精密度 V :

$$V = \frac{S}{\bar{F}} \times 100\% \quad (3)$$

式中: \bar{F} - 为 F_i 的算术平均值。

1.2.4 稳定性 调灵敏度, 使铀浓度约为 $2 \mu\text{g/L}$ 的标准铀样读数为 850 左右, 仪器预热一个小时后测量。其荧光强度最大偏差 δ_{\max} 绝对值用下式求取:

$$\delta_{\max} = \left| \frac{F_{i \max} - \bar{F}}{\bar{F}} \right| \times 100\% \quad (4)$$

或者

$$\delta_{\max} = \left| \frac{F_{i \min} - \bar{F}}{\bar{F}} \right| \times 100\% \quad (5)$$

式中: $F_{i \max}$ - 荧光读数 F_i 的最大值; $F_{i \min}$ - 荧光读数 F_i 的最小值; \bar{F} - 荧光读数的算术平均值。

取 (4) 式与 (5) 式所计算的较大值做仪器稳定性考核检查数据, 应不大于 8%。

1.3 技术要求

1.3.1 结构与外观 用目视检查仪器结构是否牢固、无松动。要求表面无明显损伤, 标记清晰。

1.3.2 仪器线性 相关系数 ≥ 0.995 。

1.3.3 量程范围 $0 \sim 20 \mu\text{g/L}$; 如果改变灵敏度可扩展到 $1000 \mu\text{g/L}$ 量级。

1.3.4 检出下限 以标准偏差的三倍定义时, $D.L \leq 0.03 \mu\text{g/L}$ 。

1.3.5 精密度 铀浓度在 $0.1 \sim 2 \mu\text{g/L}$ 范围时, $RSD \leq \pm 8\%$ 。

1.3.6 稳定性 每半小时读一个数, 每个读数取二次的平均值, 三个小时七次读数的最大偏差不大于 \pm

8%。

1.4 工作条件

1.4.1 使用交流 $220 \text{ V} (\pm 10\%)$, $50 \text{ Hz} (\pm 0.5 \text{ Hz})$ 电源。在电压变化较大地区应使用电子稳压器。

1.4.2 工作环境 温度应在 $10^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 之间, 相对湿度小于 85% (30°C)。在南方等潮湿环境, 实验室应加装空调和去湿机。存放和使用仪器的环境不能有酸、碱气体, 否则光学片子腐蚀变霉, 严重影响灵敏度。仪器用于精确分析, 方法本身受温度等因素变化影响, 因此测量时必须注意温度等因素的变化。为保证分析质量, 被测样品、标样溶液和仪器等最好放置到同一环境 10 h 以上。

2 实验结果

2.1 结构与外观 经目视检查仪器结构牢固、无松动。表面无明显损伤, 标记清晰。

2.2 线性 实验结果如表 1、表 2、图 1、图 2 所示:

表 1 低浓度范围

铀标准溶液 浓度 (10^{-9} g/ml)	荧光强度读数			
	第一次	第二次	第三次	平均值
0	133	127	127	129
0.05	159	156	154	156
0.1	185	183	181	183
0.2	262	251	245	253
0.4	377	363	363	368
0.6	446	438	437	440
0.8	531	529	523	528
1.0	527	523	522	524

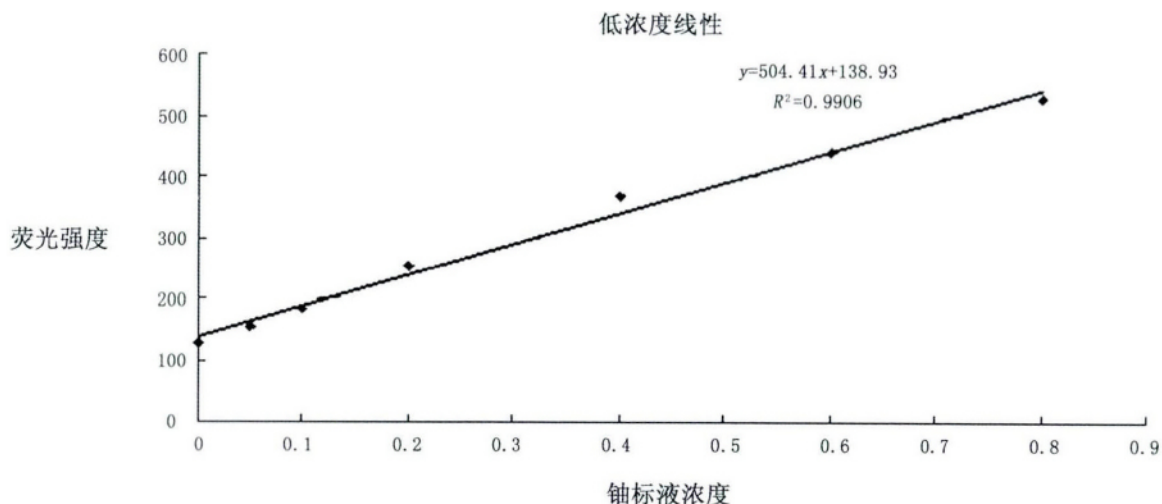


图 1 低浓度范围拟合曲线及回归方程

由检验数据所得, 在低浓度范围内相关系数 $r = 0.995$; 量程范围: $0 \sim 0.8 \times 10^{-9} \text{ g/ml}$; 在高浓度范围

内相关系数 $r = 0.996$, 量程范围: $(1 \sim 12) \times 10^{-9} \text{ g/ml}$ 。相关系数和量程范围均符合自检定要求。

表 2 高浓度范围

铀标准溶液 浓度(10^{-9} g/ml)	荧光强度读数			
	第一次	第二次	第三次	平均值
0	133	127	127	129
1	858	855	842	852
2	1589	1581	1565	1578
4	3167	3116	3086	3123
6	3718	3740	3800	3753
10	6907	6907	6859	6891
12	8707	8665	8558	8643

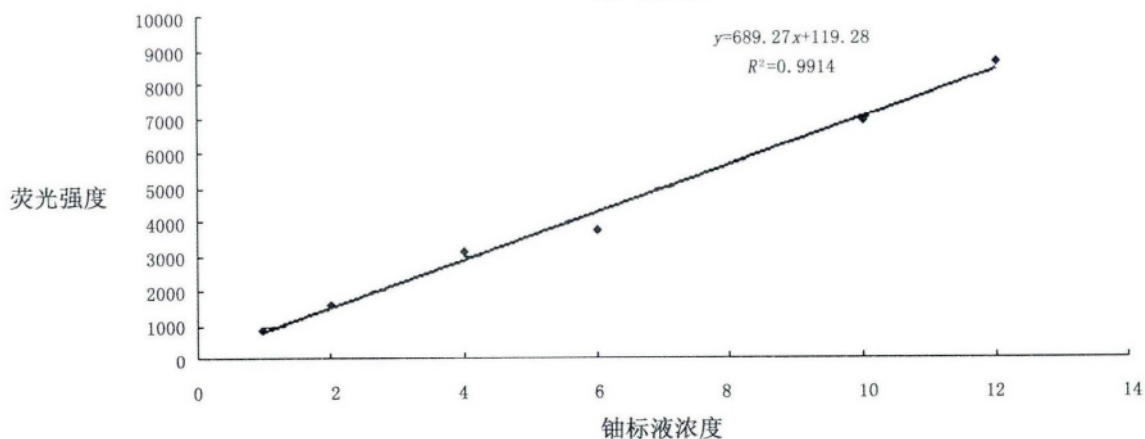


图 2 高浓度范围拟合曲线及回归方程

表 3 荧光强度测量值

133	127	127	127	128	129	127	127	129	127
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

2.4 精密度 用浓度为 $0.1 \mu\text{g/L}$ 的铀标准溶液,加铀荧光增强剂测量十次。每次测量的荧光读数为 F_i ,求取标准偏差 S ,由公式(3)计算其精密度 V :

$$S = 3.9, \bar{F} = 179, V = \frac{S}{\bar{F}} \times 100\% = 2\% < 8\% \text{ 符合}$$

自检定要求。

表 4 荧光强度测量值(F_i)

185	183	181	182	179	178	177	175	172
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

2.5 稳定性 实验结果如表 5 所示,于 10 点 15 分测量第一次,11 点 15 分测量第二次,至 16 点 15 分共测量 7 次。

表 5 荧光强度测量值(F_i) 的变化

10:15	11:15	12:15	13:15	14:15	15:15	16:15
835	963	994	1013	1037	1037	1048

$$\delta_{\max} = \left| \frac{F_{i\max} - \bar{F}}{\bar{F}} \right| \times 100\% = 6.87\% < 8\% \text{ 符合自}$$

检定要求。

3 结论

经过对 BD11 - MUA 型铀分析仪的结构与外观的

2.3 检出下限 $D \cdot L$ 用去离子水(或二次蒸馏水)做加铀荧光增强剂的十次测量,每次测量值为 F_i ,求取标准偏差 S 。将表 1 中的测量值代入低浓度标准曲线,用(1)式求取灵敏度 S_u ,把 S 和 S_u 代入公式(2)求取检出下限 $D \cdot L$ 。

标准偏差 $S = 1.9$

$$S_u = \Delta F / \Delta C = 399 / 0.52 = 767.3,$$

$$D \cdot L = 3S / S_u = 0.007 < 0.03 \mu\text{g/L} \text{ 符合自检定}$$

要求。

高浓度线性

观察、对仪器线性、检出下限、精密度、稳定性 4 个参数进行分析,证明该仪器运行正常,量值准确,测量过程处于受控状态。

参考文献

- [1] 王为农. 校准与校准规范[J]. 江苏现代计量, 2012(1): 115 - 116.
- [2] 文世荪. 铀标准溶液的配制及标定[J]. 《安徽预防医学杂志》, 1997(4): 53 - 54.
- [3] 国家技术监督局. GB/T 6708 - 1986 水中微量铀分析方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1986.
- [4] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB 14883.7 - 94 食品中放射性物质检验 天然钍和铀的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.

收稿日期: 2016 - 04 - 29

修回日期: 2016 - 06 - 23