



中华人民共和国国家标准

GB/T 37666—2019

古陶瓷中子活化分析技术规范

Technical standards of neutron activation analysis(NAA) for ancient ceramics

2019-06-04 发布

2019-06-04 实施

国家市场监督管理总局
中国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 原理	1
4 辐照类型	1
5 采样	1
6 样品制备	2
7 NAA 实验	2
8 NAA 实验测量系统	2
9 NAA 实验测量	3
10 分析报告	3
参考文献	4

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家文物局提出。

本标准由全国文物保护标准化技术委员会(SAC/TC 289)归口。

本标准起草单位:中国科学院高能物理研究所。

本标准主要起草人:冯松林、冯向前、徐清、闫灵通、李丽。

浙江文旅标技委

古陶瓷中子活化分析技术规范

1 范围

本标准规定了古陶瓷化学元素组成中子活化分析(neutron activation analysis, NAA)测量过程中的技术要求。

本标准适用于古陶瓷化学元素组成的定量测量。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

粉末样品 powder sample

瓷胎和瓷釉被研磨成颗粒度小于或等于 $74\ \mu\text{m}$ (200 目)的样品。

3 原理

中子活化分析(NAA)是样品经中子辐照,样品中稳定元素活化为放射性同位素并发射 γ 射线,用探测器测量各种元素的特征 γ 射线,根据 γ 射线的能量鉴别元素,由强度确定元素的含量。

4 辐照类型

4.1 辐照类型

根据放射性同位素的半衰期,辐照分为短照和长照。

4.2 短照 NAA

短照 NAA 是样品在反应堆中照射,中子注量率为 $(5\sim 9.5)\times 10^{11}\ \text{n}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$,照射时间为 30 s,冷却 5 min~30 min,进行测量,得到 Na、Ca、Ti、V、Al、K、Dy、Mn 等元素的含量。

4.3 长照 NAA

长照 NAA 是样品在反应堆中照射,中子注量率 $6\times 10^{13}\ \text{n}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$,照射时间为 8 h,冷却 5 d~20 d 进行测量,得到 As、La、Mo、K、Na、Sm、U、W、Ba、Ce、Co、Cr、Cs、Eu、Fe、Hf、Lu、Nd、Rb、Sb、Sc、Sr、Ta、Tb、Th、Yb、Zn、Zr 等元素的含量。

5 采样

由于古陶瓷样品不同个体间存在差异,为了使分析数据基本覆盖化学元素含量的变化范围和满足数据统计分析要求,采集中子活化分析的古陶瓷样品,每个样品组要求采集 15 个~20 个不同个体样品。

6 样品制备

6.1 胎样品的制备

用切割机从古陶瓷残片上切下满足瓷胎分析的样品,将釉层完全剥离,只保留瓷胎,清除样品表面沾污后,在超声波清洗器中用去离子水多次清洗;在 105 ℃ 条件下烘干 4 h,冷却到室温后装入洁净的样品袋;逐个取出用玛瑙研钵将瓷胎磨成粉末样品用于 NAA 分析。制成后的瓷胎粉末样品总量为 2 g 左右。

6.2 釉样品的制备

用切割机从古陶瓷残片上切下满足瓷釉分析的样品,将瓷胎完全剥离,只保留瓷釉,清除样品表面污垢后,在超声波清洗器中用去离子水多次清洗;在 105 ℃ 条件下烘干 4 h,冷却到室温后装入洁净的样品袋;逐个取出用玛瑙研钵将瓷釉磨成粉末样品用于 NAA 分析。制成后的瓷釉粉末样品总量为 100 mg 左右。

6.3 不可破坏的古陶瓷样品的处理

珍贵稀有的古陶瓷完整器和残片样品不允许切块取样。

对于完整器可以在底部露胎处和内壁进行钻孔取样。

对于残片在断面进行局部磨平,在磨平部位进行钻孔取样。

将钻孔取下的样品研磨成粉末样品待用。

7 NAA 实验

7.1 短照样品重量

用天平称取粉末样品约 100 mg,精确到 0.01 mg,用高纯聚乙烯袋封装,用于短照 NAA。

7.2 长照样品重量

用天平称取粉末样品约 30 mg(瓷釉样品约 1 mg),精确到 0.01 mg,先用镜头纸包裹,再用 99.999%高纯铝箔包裹,用于长照 NAA。

7.3 NAA 定量分析标准样品

在实验前为后期多次实验成批制备的 NAA 标准样品,在每次 NAA 实验中作为相对标准,相对精确度达到千分之三。

7.4 NAA 质控物质

为了保证和监控每次实验测量数据的准确性,选用与瓷胎和瓷釉化学元素组成相似的岩石有证标准物质 GBW07103、GBW07104 和土壤有证标准物质 GBW07406、GBW07408 作为 NAA 质控物质。NAA 质控物质与待测样品一同进行相同条件的辐照和测量。

8 NAA 实验测量系统

NAA 实验测量系统主要由高纯 Ge 探测器和多道计算机系统组成。高纯 Ge 探测器探测效率一般

为 25%~45%，对 Co(1.33 MeV)能量分辨率为 1.7 keV~2.1 keV(越低越好)。

9 NAA 实验测量

9.1 样品分装

经过辐照的样品冷却后逐个拆开包装，将样品置入测量瓶待测。

9.2 放射性测量

放射性测量需要根据样品放射性强度来确定测量时间，测量死时间控制在 10% 以下。

9.3 元素定量分析

9.3.1 γ 谱峰分析

高分辨率 Ge 探测器测得的特征 γ 射线谱中，所有被分析的元素含量数据都与峰面积计数有关。 γ 谱峰分析用专用计算机软件完成。

9.3.2 γ 谱能量刻度

用标准源的 γ 能谱找到已知能量峰顶的位置(道数)，按软件说明输入正确的能量和道数。

9.4 元素含量分析

元素含量计算需要专用的计算机软件来完成。元素含量分析可以采用相对法和绝对法分析。

9.5 分析结果的不确定度

NAA 不确定度包括统计误差和非统计误差。统计误差包括标准、样品称重，中子注量率，测量几何参数等。

非统计误差包括那些不能从统计方法计算的不确定度，如参数和设备系统等带来的。

9.6 测量后样品的处置

NAA 实验测量完成后的瓷胎和瓷釉样品仍然具有放射性，应按照有关的规章制度进行处置。

10 分析报告

10.1 记录样品的信息包括样品来源、名称、编号、窑址、时代、品种、属性、尺寸等。

10.2 样品数据信息包括测试方法、测试单位、测试时间、仪器参数、实验参数及分析数据等。

参 考 文 献

- [1] GBW07103 岩石成分分析标准物质
 - [2] GBW07104 安山岩岩石成分分析标准物质
 - [3] GBW07406 土壤成分分析标准物质
 - [4] GBW07408 土壤成分分析标准物质
-

浙江文旅标技