JJF

**中华人民共和国国家计量技术规范**

**JJFXXXX－XXXX**

**液闪标准源校准规范**

Calibration Specification of Liquid Scintillation Reference Source

(征求意见稿)

XXXX－XX－XX发布XXXX－XX－XX实施

**国家市场监督管理总局发布**

液闪标准源

JJFXXXX-XXXX

校准规范

Calibration Specification for Liquid

Scintillation Reference Source

归口单位: 全国电离辐射计量技术委员会

起草单位: 中国原子能科学研究院

本规范委托全国电离辐射计量技术委员会负责解释

**本规范主要起草人：**

吕晓侠 (中国原子能科学研究院)

魏可新（中国原子能科学研究院）

陈细林（中国原子能科学研究院）

**参加起草人：**

杨元第（北京易达测量技术有限公司）

白涛 （西北核技术研究院）

梁珺成（中国计量科学研究院）

刘浩然（中国计量科学研究院）

目录

[引言 1](#_Toc51766543)

[1 范围 3](#_Toc51766544)

[2 引用文件 3](#_Toc51766545)

[3 术语和计量单位 3](#_Toc51766546)

[3.1 术语 3](#_Toc51766547)

[3.2 计量单位 3](#_Toc51766548)

[4 概述 4](#_Toc51766549)

[5 计量特性 4](#_Toc51766550)

[5.1活度范围 4](#_Toc51766551)

[5.2扩展不确定度 4](#_Toc51766552)

[6 校准条件 4](#_Toc51766553)

[6.1 环境条件 4](#_Toc51766554)

[6.2 测量标准 4](#_Toc51766555)

[7 校准项目和校准方法 4](#_Toc51766556)

[7.1校准项目 4](#_Toc51766557)

[7.2校准方法 5](#_Toc51766558)

[8 校准结果表达 7](#_Toc51766559)

[9 复校时间间隔 7](#_Toc51766560)

[附录A 8](#_Toc51766561)

[附录B 9](#_Toc51766562)

[附录C 10](#_Toc51766563)

引言

本规范依照JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》编制。

本规范的编制主要参考GB/T 10259-2013《液体闪烁计数器》、JJF 1480—2014《液体闪烁计数器校准规范》、JJG(军工)213-2019《液体闪烁标准源》等技术资料。

本规范为首次制定。

液闪标准源校准规范

## 1 范围

本规范适用于活度范围为5×101Bq～1×104Bq液闪标准源的校准，液闪标准源包括无猝灭标准源以及猝灭系列标准源。

## 2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》

JJF 1035-2006 《电离辐射计量术语及定义》

JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》

JJG（核工）012《用单管液体闪烁计数器标准装置测定放射性溶液的比活度》

上述注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；

## 3 术语和计量单位

## 3.1 术语

JJF 1001-2011、JJF 1035-2006界定的及以下术语和定义适用于本规范。

3.1.1 本底计数率background count rate

测量本底样品时单位时间内仪器的计数。

* + 1. 探测效率detection efficiency

仪器计数率除以标准源的活度。

3.1.3 液闪标准源 liquid scintillation reference source

由放射性核素标准溶液与闪烁液混合，密封于标准尺寸的玻璃计数瓶中，用于确定液体闪烁计数器探测效率的标准源。

3.1.4 猝灭剂 quenching agent

 能降低荧光体发光强度的物质。

3.1.5 无猝灭标准源 unquenched standard source

 带有较小（可忽略）影响光输出成分的标准源。

3.1.6 猝灭系列标准源 quenched standard series sources

活度值相同，添加不同量猝灭剂，使猝灭程度递增（或递减）的一套标准源。

## 3.2 计量单位

3.2.1 [放射性]活度：贝可[勒尔]；符号：Bq。

3.2.2 探测效率无量纲，以“%”表示。

## 4 概述

液闪标准源通过将放射性核素标准溶液与闪烁液混合，密封于标准尺寸的玻璃计数瓶中，形成无沉淀、无分相、稳定的混合溶液。闪烁液中的液体闪烁体受到放射性核素发射的射线或带电粒子激发，发射荧光，由液体闪烁计数器测量其活度。

液闪标准源分为无猝灭标准源和猝灭标准源。用于液闪计数器的检定和校准、效率刻度、以及仪器的性能监督。

## 5 计量特性

## 5.1活度范围

活度范围：5×101Bq～1×104Bq。

## 5.2扩展不确定度

无猝灭标准源：≤3.5%（*k*=2）；

猝灭系列标准源：≤3.5%（*k*=2）；

## 6 校准条件

## 6.1 环境条件

6.1.1 实验室温度：（20±5）℃。

6.1.2 相对湿度：不大于75%。

6.1.3校准时，仪器不应受到震动和电磁场干扰。

## 6.2 测量标准

6.2.1液体闪烁计数器

校准用设备应经过计量技术机构检定合格，并在有效期内。

能量范围：（0~2000）keV（β射线）；

活度测量范围：（101~105）Bq；

探测效率：3H计数道无猝灭源探测效率≥40%；

 14C计数道无猝灭源探测效率≥80%；

## 7 校准项目和校准方法

## 7.1校准项目

 校准项目为3H、14C液闪标准源或其他β核素液闪标准源的活度。

 被校准的液闪标准源应符合以下技术要求：
 a. 液闪源的物理、化学性质必须稳定；
 b. 瓶口必须密封无泄漏, 外表无划痕、无污染；
 c. 液闪源必须透明、无色、无沉淀、无分相；

 d. 液闪源必须是单一核素，放射性杂质＜0.1％；

 e 液闪源的活度范围在（5×101~1×104 ）Bq。

## 7.2校准方法

7.2.1准备工作

 液体闪烁计数器预热30min后，用监督源检查仪器是否正常，并测量本底。

7.2.2液闪标准源活度

1）猝灭校正法

通过建立猝灭—效率校正曲线，进行仪器效率刻度。

在液闪计数器上设置待测核素的能量区域，[对于3H核素，能量区域为（0~18.6）keV；对于14C核素，能量区域为（0~156）keV，其他核素根据最大β射线能量确定]，选择用于指示猝灭程度的猝灭指示参数，设置计数时间，一般单个样品的总计数应高于4×104。设置完成后，用该核素猝灭系列标准源作猝灭校正曲线测量，启动仪器完成测量。

液体闪烁计数器对猝灭系列标准源第(=1，2，3，…)个源测量的猝灭指示参数为，猝灭指示参数可以是样品谱指数、外标谱指数或者三管符合型液闪计数器的TDCR值。净计数率为，则第个源的探测效率按照（1）式计算：

  (1)

式中：

—第个源的探测效率；

—第个源的净计数率，s-1；

—猝灭系列标准源的活度。

测量待测液体闪烁标准源的猝灭指示参数以及计数率，**重复测量5次，**计数统计优于0.5%，根据已有的猝灭校准曲线进行插值，确定探测效率，按照式（2）计算标准源的活度*A*：

 （2）

式中：

—计数率的算术平均值，s-1；

—本底计数率，s-1；

—探测效率。

2）效率外推法

采用JJG（核工）012-91推荐的方法，对于能量大于200keV的核素，采用积分偏压曲线外推法测量，即沿直线（甄别阈—计数率曲线）外推到甄别阈为零时的计数率，作为放射源活度。对于能量小于200keV的核素，采用改变探测阈进行零几率修正法测量活度。

3）TDCR方法

采用三管符合型液闪计数器测量待测源，由自由参数模型计算探测效率。

设置计数时间，使计数统计优于0.5%，重复测量5次。记录三管符合计数率、两管符合相加计数率，通过（3）式求解模型参数λ的取值：

 （3）

式中：

为两管符合逻辑相加计数率；

为三管符合计数率；

*Emax*为待测核素β粒子最大能量；

*S(E)*为归一后的β能谱；

*Q(E*)为电离猝灭函数；

λ为自由模型参数，含义为光阴极产生一个光电子所需要的有效能量，可通过（3）式求解。

待测源活度*A*按照（4）式计算：

  (4)

式中：

—两管符合相加的探测效率，

—两管符合相加的计数率，s-1；

—本底计数率，s-1；

## 8 校准结果表达

按本规范进行校准，出具校准证书，校准证书内页格式见附录B；校准结果应给出活度测量结果的不确定度（评定示例见附录C）。

## 9 复校时间间隔

复校时间间隔由用户仪器的使用情况自行确定，建议为24个月。

## 附录A

校准记录推荐格式

A.1本底计数率

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 能量范围 | 测量时间 /min | 本底计数率 /min-1 |
|  |  |  |

A.2 活度

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 放射源编号 | 测量时间 / min | 计数率 /min-1 | 猝灭指示参数 | 效率 /% | 活度 /Bq |
|  |  |  |  |  |  |

A.3 活度的不确定度评定

|  |  |
| --- | --- |
| 不确定度来源 | % |
| 本底 |  |
| 计数统计 |  |
| 探测效率  |  |
| 合成标准不确定度 |  |
| 扩展不确定度（*k*=2） |  |

## 附录B

校准证书内页内容

B.1 校准证书内页内容

至少应包括下列信息：

a) 被校对象的名称、型号、编号；

b) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；

c) 本次校准时的环境条件；

d) 校准结果及其测量不确定度的说明。

B.2 校准结果

1、放射源活度及其扩展不确定度

## 附录C

液闪标准源活度校准结果不确定度评定示例

C.1测量条件与测量方法

C.1.1环境条件

实验室温度：（15～25）°C，相对湿度：（45～75）% 。

周围环境无影响测量的电磁场。

周围环境本底剂量当量率不超过0.25μSv/h。

C.1.2测量标准

 液体闪烁计数器，能量范围：（0~2000）keV（β射线）；活度测量范围：（102~104）Bq；探测效率：3H计数道无猝灭源探测效率≥64%；14C计数道无猝灭源探测效率≥96%；相对扩展不确定度：*U*rel=2.4%（*k*=2）。

C.1.3测量对象

3H标准源的活度。

C.1.4测量方法

 液体闪烁计数器预热30min后，用监督源检查仪器是否正常，并测量本底，本底测量时间10分钟。在液闪计数器上设置能量区域为（0~18.6）keV，选择外标谱指数作为猝灭指示参数，设置计数统计为0.5%。设置完成后，在样品架中放入3H猝灭系列标准源，进行猝灭校正曲线测量，启动仪器完成测量，并保存该曲线。**将**待测3H标准源**放置在样品传输架上，设置能量区域为（0~18.6）keV，**选择外标谱指数作为猝灭指示参数，**重复**测量5次，每次测量时间为5分钟**。**调用已保存的猝灭校正曲线进行效率校正，得到待测源活度。

C.2测量模型



式中：

—计数率的算术平均值，s-1；

—本底计数率，s-1；

—探测效率。

 *A*  —待测源活度值，Bq。

C.3输入量的标准不确定度评定

C.3.1 输入量的标准不确定度

输入量的标准不确定度来源主要由液体闪烁计数器读数的重复性引入，采用A类方法评定。

3H标准源**重复测量5次，测量数据见表**C.3-1**：**

表C.3-1 3H标准源测量数据

|  |  |
| --- | --- |
| 测量次数 | 计数率 /s-1 |
| 1 | 1304.62 |
| 2 | 1306.96 |
| 3 | 1308.09 |
| 4 | 1305.80 |
| 5 | 1309.29 |
| 算术平均值 | 1306.95 |
| 实验标准偏差s(N) | 1.84 |
| 注：按贝塞尔公式计算 |

**输入量**的相对标准不确定度为：



C.3.2 输入量的标准不确定度

测量待测源的猝灭指示参数，待测源效率由3H猝灭系列标准源制作的猝灭校正曲线插值得到，猝灭系列标准源第个源的探测效率模型为：



输入量的标准不确定度由待测源的猝灭指示参数值、 3H猝灭系列标准源的活度以及计数率的统计涨落引起。猝灭指示参数引起效率变化，不确定度*u1*按照A类方法评定,重复测量猝灭指示参数数据见表C.3-2，变化引起的相对不确定为0.2%。

表C.3-2 3H标准源猝灭指示参数对应效率变化

|  |  |
| --- | --- |
| *t*SIE | 效率 /% |
| 992  | 67.10  |
| 976  | 66.67 |
| 962 | 66.31 |
| 988 | 66.98 |
| 995 | 67.18 |
| 算术平均值 | 66.85 |
| 实验标准偏差s() | 0.36 |
| 注：按贝塞尔公式计算 |

3H猝灭系列标准源的活度由溯源证书给出，采用B类方法评定。第个源的计数统计优于0.5%。

3H猝灭系列标准源的活度为：



3H猝灭系列标准源的活度引入的相对不确定度*u2*为1.3%，计数统计引入的相对不确定度*u3*为0.5%。

*u1 、u2、 u3*相互独立不相关，按方和根合成，其合成相对标准不确定度为：



C.3.3 输入量的标准不确定度

按照A类方法评定，本底计数的统计不确定度

其中，*nb*为本底计数率，7.0min-1，T为样品测量时间，10min。

本底统计不确定度对样品测量贡献的不确定度为：

，其中，*ns*为样品计数率1.3×103s-1，T为样品测量时间，5min。

，输入量引入不确定度可忽略。

C.4合成标准不确定度

 输入量和相互独立不相关，按方和根合成，合成相对标准不确定度为：



C.5扩展不确定度

取包含因子*k*=2，相对扩展不确定度为：

*U*rel =*k* ·ucrel(A)= 2.82%，取*U*rel = 2.8%

3H标准源活度测量结果的相对扩展不确定度为：

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*U*rel = 2.8%，*k*=2