

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1480—2014

液体闪烁计数器校准规范

Calibration Specification for Liquid-scintillation
Counting System

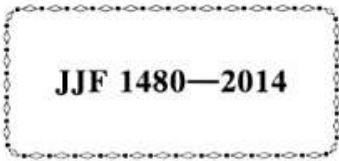
2014-08-25 发布

2014-11-25 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

液体闪烁计数器校准规范

Calibration Specification for
Liquid-scintillation Counting System



JJF 1480—2014

归口单位：全国电离辐射计量技术委员会

起草单位：上海市计量测试技术研究院

中国计量科学研究院

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：

何林锋（上海市计量测试技术研究院）

唐方东（上海市计量测试技术研究院）

梁珺成（中国计量科学研究院）

参加起草人：

刘皓然（中国计量科学研究院）

徐一鹤（上海市计量测试技术研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
3.1 术语	(1)
3.2 计量单位	(2)
4 概述	(2)
5 计量特性	(2)
5.1 能量范围	(2)
5.2 活度测量范围	(2)
5.3 本底计数率	(2)
5.4 探测效率	(2)
5.5 重复性	(2)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 测量标准	(2)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 本底计数率	(3)
7.2 无猝灭标准源探测效率	(3)
7.3 重复性	(3)
7.4 效率猝灭校准曲线	(4)
8 校准结果表达	(4)
9 复校时间间隔	(4)
附录 A 液体闪烁计数器校准记录推荐格式	(5)
附录 B 液体闪烁计数器校准证书内页内容	(6)
附录 C 液体闪烁计数器 ³ H 探测效率校准结果不确定度评定示例	(7)

引 言

本规范按照 JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》编写，编制的主要依据为 GB/T 10259—2013《液体闪烁计数器》，并参考了国际电工委员会标准 IEC 61304:1994《核仪器 液体闪烁计数器 性能验证》(Nuclear instrumentation—Liquid-scintillation counting systems—Performance verification) 和美国国家标准 AN-SIN42.15:1990《液体闪烁计数系统性能检验》(Performance verification of liquid-scintillation counting system)、ANSI N42.16:1986《用于液体闪烁计数器的密封放射性检查源规格》(Specifications for Sealed Radioactive Check Sources Used in Liquid-Scintillation Counters)。

作为放射性核素活度测量仪器，液闪计数器较多地应用于发射 β 射线的核素、尤其是低能 β 射线核素 ^3H 和 ^{14}C 活度的测量。本校准规范规定液体闪烁计数器测量 ^3H 和 ^{14}C 核素的探测效率校准方法，也适用于其他核素探测效率的校准。

本规范为首次制定。

液体闪烁计数器校准规范

1 范围

本规范适用于放射性核素活度测量范围为（ $0\sim 10^5$ ）Bq的液体闪烁计数器（分析仪）的校准。

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

GB/T 4960.1—2010 核科学技术术语 第1部分：核物理与核化学

GB/T 4960.6—2008 核科学技术术语 第6部分：核仪器仪表

GB/T 10259—2013 液体闪烁计数器

IEC 61304：1994 核仪器 液体闪烁计数器 性能验证（Nuclear instrumentation—Liquid-scintillation counting systems—Performance verification）

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、GB/T 4960.1—2010、GB/T 4960.6—2008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

测量本底样品时仪器单位时间计数。

3.1.2 探测效率 detection efficiency

仪器计数率除以标准源的活度。

3.1.3 液体闪烁标准源 liquid scintillation reference source

将已知活度的某种放射性核素与闪烁液互溶，密封于标准尺寸的玻璃瓶中，用于确定液体闪烁计数器探测效率的标准源。

3.1.4 闪烁物质 scintillating material

在电离辐射作用下，能以闪烁方式发光辐射的物质。

3.1.5 猝灭剂 quenching agent

能降低荧光体发光强度的物质。

3.1.6 猝灭标准源 quenched standard source

带有减少光输出因素的标准源。

3.1.7 无猝灭标准源 unquenched standard source

带有较小（可忽略）影响光输出因素的标准源。

3.1.8 计数道 counting channel

甄别器上、下阈值界定的脉冲高度谱计数区间。

3.2 计量单位

3.2.1 本底计数率的常用单位是每秒计数或每分钟计数，符号： s^{-1} 或 min^{-1} 。

3.2.2 [放射性] 活度：贝可 [勒尔]；符号：Bq。

3.2.3 探测效率无量纲，以“%”表示。

4 概述

液体闪烁计数器由样品传送、辐射探测、数据处理等系统组成。样品中射线引起的闪烁发光由辐射探测系统（主要包括光电倍增管）探测，转换为表征射线强度与能量信息的电信号，电信号经电子学线路处理后转换为计数。

液体闪烁计数器广泛应用于核医学、生命科学研究及辐射防护、环境监测等领域，可测量发射 α 、 β 射线核素的放射性活度，探测弱 γ 射线、X射线和俄歇电子，甚至可用于分析中子、 γ 辐射和高能带电粒子。

5 计量特性

5.1 能量范围

能量范围： $(0\sim 2)$ MeV (β 射线)。

5.2 活度测量范围

活度测量范围： $(0\sim 10^5)$ Bq。

5.3 本底计数率

3H 计数道的本底计数率： $\leq 50 min^{-1}$ ；

^{14}C 计数道的本底计数率： $\leq 60 min^{-1}$ 。

5.4 探测效率

3H 计数道的无猝灭探测效率： $\geq 40\%$ ；

^{14}C 计数道的无猝灭探测效率： $\geq 80\%$ 。

5.5 重复性

测量重复性： $\leq 2\%$ 。

注：以上指标不是用于合格性判别，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 温度： $(15\sim 35)^\circ C$ ；

6.1.2 相对湿度：不大于 85% ；

6.1.3 仪器使用时不应受到震动和电磁场干扰。

6.2 测量标准

6.2.1 无猝灭标准源

无猝灭标准源一般使用 3H 、 ^{14}C 核素。闪烁液为甲苯体系，闪烁液体积为 $(15\pm$

0.2) mL, 每升甲苯中的 PPO 的含量为 (5 ± 1) g。

活度范围: $(2.0 \sim 5.0)$ kBq;

扩展不确定度: $\leq 3.5\%$ ($k=2$)。

6.2.2 本底标准源

本底标准闪烁液为甲苯体系, 闪烁液体积为 (15 ± 0.2) mL, 且每升甲苯中的 PPO 的含量为 (5 ± 1) g。

6.2.3 猝灭系列标准源

采用闪烁液和猝灭剂构成一定体积规格的猝灭系列标准源。

活度范围为: $(2.0 \sim 5.0)$ kBq;

扩展不确定度: $\leq 3.5\%$ ($k=2$)。

7 校准项目和校准方法

7.1 本底计数率

校准前液体闪烁计数器预热至稳定状态, 分别在 ^3H 和 ^{14}C 计数道测量的本底标准源, 测量时间 10 min, 重复测量不少于 3 次, 按式 (1) 取算术平均值。

$$N_b = \frac{\sum N_{bi}}{n} \quad (1)$$

式中:

N_b ——本底计数率, min^{-1} ;

N_{bi} ——液闪计数器本底读数, min^{-1} ;

n ——测量次数, $n=3$ 。

7.2 无猝灭标准源探测效率

液体闪烁计数器正常工作状态下, 在 ^3H 和 ^{14}C 计数道分别测量 ^3H 和 ^{14}C 核素无猝灭标准源, 测量时间的设置应使得累积计数不小于 1×10^5 , 重复测量 5 次, 取算术平均值, 按式 (2) 计算探测效率。

$$\eta = \frac{\bar{N} - \bar{N}_b}{A} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

η ——探测效率, %;

\bar{N} ——液闪计数器读数的算术平均值, s^{-1} ;

\bar{N}_b ——液闪计数器本底读数的算术平均值, s^{-1} ;

A —— ^3H 或 ^{14}C 核素无猝灭标准源的活度值, Bq。

7.3 重复性

液体闪烁计数器分别连续测量 ^3H 或 ^{14}C 核素无猝灭标准源, 测量时间应使单次计数高于 4×10^4 , 重复测量 10 次, 按式 (3) 计算相对实验标准差。

$$V = \frac{1}{\bar{N}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (N_i - \bar{N})^2}{n-1}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

V ——重复性，%；

N_i ——液闪计数器的读数， s^{-1} ；

\bar{N} ——液闪计数器读数的算术平均值， s^{-1} ；

n ——重复测量次数。

7.4 效率猝灭校准曲线

建立猝灭校准曲线的目的是确定实验样品的计数效率。

在液体闪烁计数器上设置该核素计数的能量区域 [对于 ^3H 核素，能量区域为(0~18.6) keV；对于 ^{14}C 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，一般单个样品的计数时间不超过5 min，总计数应高于 4×10^4 。

设置完成后，用 ^3H 和 ^{14}C 核素猝灭系列标准源作猝灭校准曲线测量，启动仪器后自动完成测量。其他核素猝灭校准曲线的测量可参照以上方法进行。

设液体闪烁计数器对于猝灭系列源中第 i ($i=1, 2, 3, \dots, 10$) 个源测量得到的猝灭指示参数为 Q_i ，计数率为 C_i ，则对第 i 个源的探测效率按式(4)计算：

$$E_i = \frac{C_i}{A_i} \quad (4)$$

式中：

E_i ——猝灭指示参数为 Q_i 的源对应的仪器探测效率， s^{-1} ；

A_i ——猝灭系列标准源中第 i 个源的活度，Bq。

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；校准结果应给出探测效率测量结果的不确定度（评定示例见附录C）。

9 复校时间间隔

建议复校时间间隔为24个月。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主确定复校时间间隔。

附录 A

液体闪烁计数器校准记录推荐格式

A.1 本底计数率

测量时间 $t =$ min

核素	本底计数			平均值	本底计数率 min^{-1}
^3H					
^{14}C					

A.2 探测效率

测量时间: $t =$ min

核素	活度 Bq	计数				平均值	净值 s^{-1}	探测效率 %
^3H								
^{14}C								

A.3 重复性

测量时间: $t =$ min

核素	计数				平均值	相对实验 标准差 %
^3H						
^{14}C						

A.4 探测效率的猝灭校准曲线 (附图)

以谱指数或外标道比为横坐标, 探测效率为纵坐标作猝灭校准曲线。

附录 B

液体闪烁计数器校准证书内页内容

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

B.2.1 本底计数率

^3H 道：_____ min^{-1} ；

^{14}C 道：_____ min^{-1} 。

B.2.2 探测效率

^3H 道：_____ %；

^{14}C 道：_____ %。

B.2.3 重复性

^3H 道：_____ %；

^{14}C 道：_____ %。

B.2.4 探测效率的猝灭校准曲线

附录 C

液体闪烁计数器³H 探测效率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: (15~35)°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 0.25 μSv/h。

C.1.2 测量标准:

³H 核素液闪标准源 (包括本底样品、无猝灭标准源);

活度范围: (1~10) kBq;

相对扩展不确定度: 3% ($k=2$)。

C.1.3 测量参数: 液体闪烁计数器探测效率。

C.1.4 测量方法: 按照本校准规范第 7.1、7.2 条。

C.2 测量模型

$$\eta = \frac{\overline{N} - \overline{N}_b}{A_s} \times 100\%$$

式中:

η —— 探测效率, %;

\overline{N} —— 液闪计数器读数的算术平均值, s^{-1} ;

\overline{N}_b —— 液闪计数器本底读数的算术平均值, s^{-1} ;

A_s —— ³H 核素无猝灭标准源的活度值, Bq。

液体闪烁计数器³H 测量道的本底计数率通常小于 40 min^{-1} , ³H 液闪标准源的活度值大于 1 000 Bq, 计数率大于 $40\,000 \text{ min}^{-1}$, $N_b/N \leq 0.1\%$, 因此 N_b 可忽略, 测量模型简化为:

$$\eta = \frac{\overline{N}}{A_s} \times 100\%$$

C.3 输入量的标准不确定度评定

C.3.1 输入量 N 的标准不确定度 $u(N)$

输入量 N 的标准不确定度主要由液体闪烁计数器的测量重复性引入, 采用 A 类方法评定。

4 台 1220 型液体闪烁计数器³H 标准源的重复性测量数据见表 C.1, 平均值及实验标准差计算结果见表 C.2。

表 C.1 4 台 1220 型液体闪烁计数器对³H 源的连续测量数据

仪器	$N_{\text{H}}/\text{min}^{-1}$									
1	48 262	48 551	48 578	48 320	48 302	48 286	48 374	48 506	48 491	48 570
2	43 701	43 269	43 568	43 473	44 022	43 620	43 891	43 729	43 583	43 145
3	43 810	43 717	43 947	43 863	44 091	43 798	44 303	44 462	44 233	43 793
4	45 914	46 178	46 101	46 120	46 232	46 256	46 210	46 025	46 025	46 220

表 C.2 示值平均值及实验标准差

单位: s^{-1}

仪器	平均值 \bar{N}_{H}	实验标准差 s_i
1	807.1	2.12
2	726.7	4.39
3	733.4	4.26
4	768.8	1.87

注: s_i 按贝塞尔公式计算获得。

合成样本标准差按下式计算:

$$s_p = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m s_i^2(N)}{m}} = 3.37(\text{s}^{-1})$$

实验标准差的标准差 $s'(s_i) = 1.35(\text{s}^{-1}) > \frac{1}{3}s_p$, 可以直接使用 s_p 。

实际测量时, 液体闪烁计数器对³H 标准源重复测量 5 次, 其算术平均值的标准差为:

$$u(N) = \frac{s_p}{\sqrt{5}} = 1.51(\text{s}^{-1})$$

1220 型液体闪烁计数器对活度值为 1 703 Bq 的³H 核素无猝灭标准源 5 次测量的示值平均值为 756 s^{-1} , 则输入量 \bar{N} 的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(N) = \frac{u(N)}{\bar{N}} = 0.20\%$$

C.3.2 输入量 A_s 的标准不确定度 $u(A_s)$ 的评定

输入量 A_s 的标准不确定度来源主要是³H 标准源活度值的不确定度, 可根据溯源证书给出的不确定度值, 采用 B 类方法评定。

³H 标准源的活度值由上级计量标准给出:

$$A_s = 1\,703 \text{ Bq}, \quad U_{\text{rel}} = 3.0\% \quad (k=2)$$

则输入量 A_s 的相对标准不确定度:

$$u_{\text{rel}}(A_s) = \frac{U_{\text{rel}}}{k} = 1.5\%$$

C.4 合成标准不确定度的评定

输入量 $u_{\text{rel}}(N)$ 和 $u_{\text{rel}}(A_s)$ 互相独立不相关, 按方和根合成, 得到合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{crel}}(\eta) = [u_{\text{rel}}(N)^2 + u_{\text{rel}}(A_s)^2]^{1/2}$$
$$u_{\text{crel}}(\eta) = 1.52\%$$

C.5 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 扩展不确定度 U_{rel} 为:

$$U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{crel}}(\eta) = 3.04\%, \text{ 取 } U_{\text{rel}} = 3.1\%$$

液体闪烁计数器探测效率测量结果的相对扩展不确定度为:

$$U_{\text{rel}} = 3.1\%, k = 2$$

中 华 人 民 共 和 国
国 家 计 量 技 术 规 范
液 体 闪 烁 计 数 器 校 准 规 范
JJF 1480—2014

国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国质检出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
2014年12月第一版 2014年12月第一次印刷

*

书号: 155026·J-2962 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



JJF 1480—2014