核与辐射安全领域测量能力提升专题服务

关于组织2019年度“放射性核素活度测量比对与能力提升”活动的通知

为促进我国核与辐射安全领域的放射性核素测量能力提升，在国

家标准物质资源共享服务平台和中国核能行业协会核电运行分会的支持下，开展2019年度放射性核素活度测量比对活动，检验和提升相关领域的放射性核素活度测量质量，提高放射性核素检测与分析水平，加强辐射监测质量控制，增进相关学术交流，为核电安全生产、核与辐射安全领域的检测水平提升服务。

放射性核素活度测量比对与能力提升技术方案附后。请相关单位在2019年6月10日前完成网上报名。其中，核电站参加单位请首先联系苏州热工研究院朱达斌，之后再网上报名；其他单位的参加人员请直接网上报名，有疑问请联系以下人员。

**报名联系人**：

中国计量科学研究院 赵清 电话：010-64525003

邮箱：[zhaoqing@nim.ac.cn](mailto:zhaoqing@nim.ac.cn)

苏州热工研究院有限公司 朱达斌 电话：18902311269

邮箱：[zhudabin@cgnpc.com.cn](mailto:zhudabin@cgnpc.com.cn)

中国核能行业协会，赵高峰，010-88305806

**比对技术问题联系人**：

中国计量科学研究院 刘皓然 电话：010-64525010

邮箱：[liuhr@nim.ac.cn](mailto:liuhr@nim.ac.cn)

2019年度放射性核素活度测量比对

与能力提升

1. **目的意义**

在国家标准物质资源共享服务平台支持下，组织核与辐射安全领域β核素及多γ核素的比活度测量分析比对，检验和提升该领域的放射性核素活度测量能力，加强辐射监测质量控制，增进相关学术交流，提高监测与分析水平，为核电安全生产、核与辐射安全领域的检测水平提升服务。

1. **组织实施**

本次比对与能力验证活动具体由中国计量科学研究院电离辐射计量科学研究所和中广核集团苏州热工研究院有限公司化学技术所联合具体组织实施。双方成立**工作协调小组**，负责本次比对与能力验证工作的相关事宜。

1. **参加单位**

有参比意向的实验室包括：中广核集团、中核集团、国电投集团各基地核电站支持实验室及其他相关放射性核素测量实验室。

1. **参加费用**

本次活动需支出材料购置、取样制样、定制加工、测试化验、

联合定值、技术报告与会议等费用，国家标准物质资源共享服务平台提供了部分经费支持。但由于平台经费有限，有意参加活动的单位，仍需交纳部分费用，如下所示：

1、水中γ放射性核素比活度测量与能力提升，参加费用：8000元

2、水中氚的比活度测量与能力提升，参加费用：5000元

参与活动的核电站，由中国核能行业协会核电运行分会统一收取费用。其余参加单位由中国计量科学研究院直接收取费用。

汇款账号1：

户名：中国计量科学研究院

账号：110060224018010008693

开户银行：交通银行北京和平里支行

开户行行号：301100000074

汇款账号2（**仅适用于核电站参加单位）**：

户名：中国核能行业协会

账号：3389 6613 9210

开户银行：中国银行股份有限公司北京西三环北路支行

**汇款请备注：核素分析能力提升专题服务**

1. **样品准备**

由中国计量科学研究院和苏州热工院协调比对样品的准备，样品来源为根据标准物质或现场样品配制而成。相关能力验证样品的技术规格如下：

1.水中多γ核素能力验证样品

核素种类：Cd-109、Co-57、Co-60、Cs-137、Mn-54、Ag-110m等；

活度量级：单核素比活度 500-1000Bq/L，总活度为豁免；

几何规格/包装：50mL，专用取样瓶

稀释剂；为满足参比实验室稀释比对样品、适应多台测量仪器与测量方法的需要，每一包装的多γ核素比对样品配2L的稀释剂。

2.水中氚测量样品

核素种类：H-3

活度量级：1000-10000Bq/L

几何规格：50mL，聚乙烯塑料瓶包装

1. **能力验证样品检验与参考值确定**

能力验证样品的均匀性和稳定性经检验确认，应不影响测量分析。样品参考值由中国计量科学研究院电离辐射所提供，溯源自国家活度基标准。参比方法与流程经由**比对协调小组**确认的资深实验室分析旁证。

1. **样品发放**

能力验证样品中所含的放射性核素总活度控制在GB18871-2002《电离辐射防护与辐射源安全基本标准》规定的豁免活度以内，将通过可靠渠道直接送达参比单位联系人。

1. **测量方法与结果报送**

各参加实验室根据自身情况，选择合适的设备和方法进行测量；针对同种规格的样品，一个参比实验室仅报送一个结果，也可根据需要，报送不同仪器与方法测量的多个结果。比对结果均应按照统一格式，通过网上报送。参比实验室所有报送的结果均按照比对结果评估方法独立参与评估。

1. **比对结果评估方法**

**方法一 评价法**

参照测量能力审核满意度评价原则，根据值评价比对结果的有效性：



式中，

---参比实验室给出的测量结果

---比对结果参考值

---参比实验室给出的y值所对应的扩展不确定度（*k*=2）

---比对参考值的测量不确定度（*k*=2）

**结果评价：**

当时，结果为满意；当时，结果为良好；当时，结果为优秀；为不可接受。

**方法二 稳健Z比分数法**

用Z 比分数ZR来评价比对结果与中位值的一致性，即评价参比实验室间测量结果的一致性：

****

式中，

为第i家参比实验室的测量结果；

为所有参比实验室结果的平均值；

为四分位数间距，，为高四分位数，为低四分位数；

表示标准化四分位数间距；

**高四分位数和低四分位数的计算方法：**

将n家参比实验室的测量结果从小到大排列，为，即为

令：，，用符号“[]”表示对一个数取整数。





**结果评价：**

，比对结果满意；

，比对结果可疑；

，比对结果不可接受。

1. **比对结果的不确定度评估**

比对测量方法(包括制样)不同，对测量结果不确定度的影响因素也不同。本次比对将提供利用HPGeγ谱仪分析多γ核素样品、以及利用液体闪烁计数器分析氚水样品的测量不确定度影响因素，并将提供典型测量条件下的不确定度评定原理与实例。见**附件1：** “**比对样品比活度测量不确定度评定方法与实例**”，供各参比实验室参考，如实际测量情况与典型情况不一致，各实验室应根据相关测量方法及实际情况进行不确定度评估。

为促进各实验室分析的一致性，提升分析的准确性，比对主导实验室提供各比对核素的最新版原子与核数据(国际计量局最新发布)，供参比实验室引用。

1. **比对样品的废物处理**

比对结束后，建议各参比实验室合理保存比对样品，以便用于后续测量质控；对于本次比对产生的放射性废弃物，各参比实验室应按照各实验室相关管理规定自行处理。

1. **比对时间节点**

2019年5月30日前，各参比实验室落实比对联系人、联系方式和需要的比对样品份数，报送给比对协调小组负责人朱达斌处，并在网上报名。

2019年7月10日前，寄出比对样品。

2019年8月10日前，各参比实验室完成比对测量，并在网上报送数据。

2019年9月30日前，编写测量比对报告

2019年10年30前，召开测量比对总结交流会

**附件1： 比对样品比活度测量不确定度评定方法与实例**

请在分析完比对测量数据后，在测试报告中填写如表1所示的不确定度分量及合成表格。

表1 不确定度评估

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 不确定度来源 | A类相对  不确定度分量 | B类相对  不确定度分量 | 备注 |
| 计数统计涨落 |  |  |  |
| 称重 |  |  |  |
| 发射几率 |  |  |  |
| 死时间 |  |  |  |
| 本底 |  |  |  |
| 半衰期 |  |  |  |
| 效率 |  |  |  |
| 修正因子 |  |  |  |
| 其它分量(如果有，请说明) |  |  |  |
| 合成相对标准不确定度 |  |  |  |

各不确定度分量合成的相关推导见关系式12（供参考），相关推导过程如下：

活度测量结果可以表达为公式(3.1)：

 (1)

其中：*A*0表示样品核素活度，*Ni*表示第i支γ射线计数率，*Bγi*表示第i支γ射线峰位本底计数率，*p*i表示第i支γ射线发射几率，εi表示第i支γ射线探测效率，*K*j表示可能的修正因子，*T*1/2表示半衰期，*t*为测量时间。

由3.1式可以得到比活度的表达式3.2：

 (2)

其中：*C*0表示样品比活度，m为样品质量。

根据不确定度传播律，得到：

 (3)

其中u(C0)，u(*Ni*) ，u(*p*i)，u(*εi*)， u(*K*j) ，u(*T*1/2)，u(*m*)分别为C0，*Ni*，*p*i，*εi*，*K*j ，*T*1/2，*m*的标准不确定度，假定以上各分量互不相关，计算每一项的灵敏系数如下：

 (4)

 (5)

 (6)

 (7)

 (8)

 (9)

将3.4~3.9式带入3.3式，得到：

 (10)

根据相对不确定度定义，可以得到：

 (11)

当计数率*Ni*远大于本底计数率*Bγi*时，，3.11式可以简化为：

 (12)

**附件2： 比对核素参考数据**

**1）H-3**

* 1. 半衰期：12.312(25) y
  2. 最大β能量：18.591(1) keV, β发射概率：100%

**2）Am-241**

2.1) 半衰期：432.6 (6) y

2.2) 主要γ射线能量与发射概率

59.5409 (1) keV，发射概率：35.92(17) %

**3）Cd-109**

3.1) 半衰期：461.9(4) d

3.2) 主要γ射线能量与发射概率

88.0336 (10) keV，发射概率：3.66 (5)%

**4）Co-57**

4.1) 半衰期：271.81 (4) d

4.2) 主要γ射线能量与发射概率

122.06065 (12) keV，发射概率：85.49 (14)%

136.47356 (29) keV，发射概率：10.71 (15)%

**5）Co-60**

5.1) 半衰期：5.2711 (8) y

5.2) 主要γ射线能量与发射概率

1173.228 (3) keV，发射概率：99.85 (3)%

1132.492 (4) keV，发射概率：99.9826(6)%

**6) Cs-137**

6.1) 半衰期：30.05 (8) y

6.2) 主要γ射线能量与发射概率

661.657 (3) keV，发射概率：84.99 (20)%

**7）Mn-54**

7.1) 半衰期：312.19(3)d

7.2) 主要γ射线能量与发射概率

834.848(3) keV,发射概率：99.9752(5)%

1. **Ag-110m**

8.1) 半衰期：249.78(2)d

8.2) 主要γ射线能量与发射概率

446.812(3) keV，发射概率：3.65(5)%

657.7600(11) keV，发射概率：94.38(8)%

677.6217(12) keV，发射概率：10.56(6)%

687.0091(18) keV，发射概率：6.45(3)%

706.6760(15) keV，发射概率：16.48(5)%

744.2755(18) keV，发射概率：4.71(3)%

763.9424(17) keV，发射概率：22.31(9)%

818.0244(18) keV，发射概率：7.33(4)%

884.6781(13) keV，发射概率：74.0(12)%

937.485(3) keV，发射概率：34.51(27)%

1384.2931(20) keV，发射概率：24.7(5)%

1475.7792(23) keV，发射概率：4.03(5)%

1505.028(2) keV，发射概率：13.16(16)%

1562.2940(18) keV，发射概率：1.21(3)%