



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1133—2005

X 射线荧光光谱法黄金含量分析仪 校准规范

Calibration Specification of Gold Gauge
Utilizing X - ray Fluorescence Spectrometry

2005 - 04 - 28 发布

2005 - 07 - 28 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

X 射线荧光光谱法黄金含量 分析仪校准规范

JJF 1133—2005

Calibration Specification of Gold Gauge
Utilizing X-ray Fluorescence Spectrometry

本规范经国家质量监督检验检疫总局 2005 年 4 月 28 日批准，并自 2005 年 7 月 28 日起施行。

归口单位：全国电离辐射计量技术委员会

起草单位：北京市计量科学研究所

国家标准物质研究中心

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：

朱伏虎 （北京市计量科学研究所）

茅祖兴 （国家标准物质研究中心）

康四清 （中国原子能科学研究院）

参加起草人：

黄小健 （中国原子能科学研究院）

李金成 （北京市计量科学研究所）

目 录

1 范围	(1)
2 引用文献	(1)
3 概述	(1)
4 计量特性	(1)
4.1 基本误差	(1)
4.2 重复性	(1)
4.3 稳定性	(1)
4.4 辐射剂量率	(1)
5 校准条件	(1)
5.1 黄金标样	(1)
5.2 校准环境条件	(2)
6 校准项目和校准方法	(2)
6.1 一般检查	(2)
6.2 基本误差	(2)
6.3 重复性	(2)
6.4 稳定性	(2)
6.5 辐射剂量率	(3)
7 校准结果表达	(3)
8 复校时间间隔	(3)
附录 A 校准结果的不确定度分析	(4)

X 射线荧光光谱法黄金含量分析仪校准规范

1 范围

本规范适用于 X 射线荧光光谱法黄金含量分析仪的校准。

2 引用文献

本规范引用以下文献：

JJG 807—1993 《利用放射源的测量仪表》

EJ/T 767—1993 《放射源激发的 X 射线荧光分析仪》

GB 4792—1984 《放射卫生防护基本标准》

GB 8703—1988 《辐射防护规定》

JJF 1059—1999 《测量不确定度评定与表示》

使用本规范时，应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

3 概述

X 射线荧光光谱法黄金含量分析仪（以下简称分析仪）是一种对样品非破坏性的测量仪器。它是利用辐射源照射被测样品，产生特征 X 射线，然后，根据其特征 X 射线的强度确定被测样品中金元素的含量。分析仪主要由辐射源（包括放射源或管激发 X 射线辐射源）、探测器、电测量部件及显示打印设备等组成。可直接显示黄金含量值。

4 计量特性

4.1 基本误差

基本误差以黄金含量的绝对误差表示。在黄金含量不低于 90% 的测量范围内，分析仪的基本误差限应不超过 $\pm 0.3\%$ ；在黄金含量低于 90% 的测量范围内，分析仪的基本误差限应不超过 $\pm 0.5\%$ 。

4.2 重复性

在分析仪的有效测量范围内，其重复性以单次测量值的标准偏差表示，应不超过相应基本误差限的 1/2。

4.3 稳定性

在有效测量范围内，4h 内其示值相对于初始值的最大变化应不超过相应的基本误差限。

4.4 辐射剂量率

源闸开启或关闭时，距源容器外表面 5cm 和 1m 处漏射线最大剂量当量率分别小于 $2.5\mu\text{Sv/h}$ 和 $0.25\mu\text{Sv/h}$ 。

5 校准条件

5.1 黄金标样

黄金标样应是国家标准物质，其不确定度应小于 0.1%。

5.2 校准环境条件

校准时的大气环境及电网条件应符合以下的规定。

环境温度：15℃ ~ 35℃

环境相对湿度：小于 75%

电源电压波动：不超过 ± 10%

6 校准项目和校准方法

6.1 一般检查

6.1.1 分析仪上必须标明制造厂、型号、编号、出厂日期和制造计量器具许可证标志及编号。

6.1.2 分析仪上应有明显的电离辐射标记。对使用放射源的分析仪，应注明核素名称、活度值及标定日期，源窗口位置应清晰醒目。

6.1.3 分析仪各部件应完好、装配应牢固。无影响使用性能的缺陷。

6.2 基本误差

6.2.1 使用黄金标样在分析仪的有效测量范围内，至少选择 3 个均匀分布的校准点（包括上、下限）进行校准，也可根据用户需要选择实际常用点。

6.2.2 每个校准点的测量次数不少于 10 次，每次测量应采用常用的测量时间。

6.2.3 校准点的偏差由式（1）算出。

$$E = X_i - X_{i0} \quad (1)$$

式中 X_i ——第 i 个校准点仪器示值的平均值；

X_{i0} ——第 i 个校准点黄金标样的标准值。

6.3 重复性

6.3.1 本项校准应在分析仪的有效测量范围内，选择 3 个校准点（包括上、下限）进行。

6.3.2 重复性以单次测量的标准偏差表示，对同一黄金标样连续测量 10 次，每次测量应采用常用的测量时间，按式（2）计算单次测量的标准偏差。

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \quad (2)$$

式中 X_i ——第 i 次测量的仪器示值；

\bar{X} —— n 次测量的算术平均值（ $n = 10$ ）。

6.4 稳定性

6.4.1 在有效测量范围内选择任意一个校准点进行测量。

6.4.2 间隔 4h 记录两组示值（每组测量 10 次，取平均值），稳定性按式（3）计算。

$$U = X - X_0 \quad (3)$$

式中 X_0 ——初始测量时的示值平均值；

X ——间隔 4h 后该校准点的示值平均值。

6.5 辐射剂量率

使用剂量率仪测量距源容器表面 5cm 或 1m 处的剂量当量率。

7 校准结果表达

校准结果应在校准证书或校准报告上反映。校准结果在校准证书或校准报告中应至少包括以下信息：

- a. 标题，如“校准证书”或“校准报告”；
- b. 实验室名称和地址；
- c. 进行校准的地点（如不在实验室内进行校准）；
- d. 证书或报告的惟一性标志（如编号），每页及总页数的标志；
- e. 送校单位的名称和地址；
- f. 被校对象的描述和明确标志；
- g. 校准日期；
- h. 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对抽样程序进行说明；
- i. 对校准所依据的技术规范的标志，包括名称和代号；
- j. 校准环境的描述；
- k. 校准结果及其测量不确定度的说明；
- l. 校准证书和校准报告签发人的签名、职务或等效标志，以及签发日期；
- m. 校准结果仅对被校对象的本次校准有效的声明；
- n. 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

测量不确定度评定与表示一般应符合 JJF 1059—1999《测量不确定度评定与表示》的要求。

8 复校时间间隔

建议分析仪的复校时间间隔不超过 1 年。

附录 A

校准结果的不确定度分析

一、数学模型

$$E = X - X_0$$

式中 X ——被测仪器示值的平均值；

X_0 ——黄金标样的标准值。

二、方差与灵敏系数

数学模型中各项互为独立，则

$$c_1 = \frac{\partial E}{\partial X} = 1$$

$$c_2 = \frac{\partial E}{\partial X_0} = -1$$

三、不确定度来源

1. 由 X 引入的不确定度

被测仪器示值的重复性引入的标准不确定度分量 u_1 ，由于每个校准点测量 10 次，取平均值，故用平均值的实验标准偏差表示。其测量列见表 A-1。

表 A-1

i	1	2	3	4	5
$X_i/\%$	37.18	37.34	37.36	37.34	37.26
i	6	7	8	9	10
$X_i/\%$	37.42	37.33	37.40	37.30	37.25

则 $u_1 = 0.02\%$ 。

2. 由 X_0 引入的不确定度

由黄金标样的不确定度引入的标准不确定度分量 u_2 ，其扩展不确定度为 0.1%，包含因子 $k = 3$ ，则 $u_2 = 0.03\%$ 。

3. 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 A-2。

表 A-2

标准不确定度分量 (u_i)	来源	$ c_i $	标准不确定度值	自由度
u_1	被测仪器示值的重复性	1	0.02%	9
u_2	标样的不确定度	1	0.03%	50

四、合成标准不确定度

由下式计算合成不确定度 u_c 和有效自由度 ν_{eff} ：

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.036\%$$

$$\nu_{\text{eff}} = \frac{u_c^4}{\frac{u_1^4}{9} + \frac{u_2^4}{50}} = 50$$

五、扩展不确定度

给定置信水平 $p = 0.99$ ，自由度，查 t 分布表得覆盖因子：

$$k = t_{0.99}(50) = 2.68$$

扩展不确定度 $U = 0.036\% \times 2.68 = 0.10\%$ 。