

氡气固体源的准确度、稳定性和重复性及其影响因素研究

吴永信, 钟心, 陈兰庆

(中国地震局兰州地震研究所, 甘肃兰州 730000)

摘要:通过实验、理论分析和结构解剖,对地震前兆观测台网中广泛使用的氡气固体源的准确度、稳定性和重复性进行了研究和论证,并找出了其主要影响因素是密封性、渗漏和堵塞,在此基础上给出了氡气固体源在使用过程中的维护对策。

关键词:氡气固体源; 准确度; 稳定性; 重复性

中图分类号: P315.72⁺4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0844(2006)02-0184-05

Study on the Accuracy, Stability and Repeatability of Radon Standard Source and Influence Factors

WU Yong-xin, ZHONG Xin, CHEN Lan-qing

(Lanzhou Institute of Seismology, CEA, Lanzhou 730000, China)

Abstract: Through experiment, theory analyzing and structure anatomizing, the accuracy, stability and repeatability of radon standard source which used in seismic observation stations are researched. It is found that main influence factors for the accuracy, stability and repeatability of radon standard source are tightness, leakage and block in the pipes. According to study result, some methods of maintenance in process of using are given in this paper.

Key words: Radon solid source; Accuracy; Stability; Repeatability

0 引言

氡气测量在地震分析预报中占有重要的地位,在地震前兆台网中数量最多。1970年以来全国已经建成的各类测氡台站有300多个,从单一的地下水溶解氡观测逐步发展为溶解氡、逸出氡、断层气氡等多种方式的观测。氡气固体源在测氡仪器校准中发挥了很好的作用,它不但具有准确可靠,操作方便,使用寿命长,校准周期短的优点,而且还节约了大量的经费,深受广大科技人员的喜爱。

氡气固体源从1984年引进以来,已经使用了

20多年,随着使用时间的增长,氡气固体源逐渐出现了一些问题急需解决。本文就氡气固体源的准确度、稳定性和重复性问题进行研究,同时就如何使用符合规范的计量专业术语进行了讨论,希望得到统一认识。

1 问题和术语

在计量术语中,准确度表示测量结果与被测量真值的一致程度^[1]。氡气标准源的准确度是指它的真实分配活度与标准分配活度的一致程度。真实

收稿日期:2006-03-26

基金项目:国家科技基础工作专项资金重点项目《数字化地震前兆观测技术标准》资助;中国地震局兰州地震研究所论著编号:LC20060024

作者简介:吴永信(1951—),男(汉族),甘肃秦安人,高级工程师,主要从事地下流体预报地震和观测技术研究以及信息管理与研究工作。

* “标定”一词,现行计量术语中不再使用,改用“校准”。本文中所用的“校准”和原来的“标定”同义。

分配活度是氡气标准源在使用中实际输出的活度值。标准分配活度是鉴定证书中给出的,由定值部门确定的具有确定准确度的标准特性量值^[3]。由于真实分配活度一般是不知道的,所以准确度只是一个定性的概念。准确度只能通过由法定部门定期的检定和校准来解决。(这里不包括由于氡气标准源损坏而造成的准确度问题。)

稳定性是指氡气固体源的分配活度在规定环境条件下随时间的恒定能力^[1]。规定条件指观测规范规定的校准和观测条件。

重复性是指在相同的条件下(比如同一操作人员、同一实验室、同一温湿度、在较短的时间内),对同一台氡气固体源的分配活度进行连续多次的测量时,测量结果间的一致程度^[1]。

在实际工作中常常碰到的问题有两个:一是本次校准的仪器 K 值与上次校准的 K 值差别太大,每校准一次仪器,观测资料产生一个台阶,降低了资料的可信度和使用价值;二是同一台仪器在相同的条件下短时间内(比如一周内)的多次校准结果相互超差,以致长时间不能顺利完成校准任务。

地震前兆资料的应用主要是研究它们在时间序列上的相对变化,要求观测系统具有很强的稳定性,否则将无法使用。

2 准确度、稳定性及重复性研究

2.1 准确度

前面已经述及,准确度只是一个定性的概念,由法定部门检定时通过溯源和校准来解决。这里只对出厂误差和检定时给出的极限误差给予分析。

2.1.1 出厂检验证书给出的误差^①

RN-150型氡气固体源出厂检验证书给出的误差是4%,其检定方法是 α 闪烁法,分别用RM-1003型(S/N 118-112)和AB-5型(S/N 235, 407, 439)氡气监测仪依据NIST标准检测的。总误差为

$$\text{总误差} = \sqrt{e_1^2 + e_2^2} + \text{参照标准的误差} \quad (1)$$

式中 e_1 为源计数的精度; e_2 为标准计数的精度。

此外还给出两项修正:(1)衰减修正(Decay Correction):用于取样到计数的中点的时间修正;(2)次数修正(Sequence Correction):用于连续从源中取气的次数修正。

2.1.2 氡气固体源检定中给出的极限误差

在地震行业标准《氡气固体源检定规程》中,给出了极限误差的计算:

$$S = \frac{|\Delta A \pm u|}{A_b} \times 100\% \quad (2)$$

极限误差 $S \leq 4\%$ 时为合格。式中 $\Delta A = A_b - A$,称为修正值; A_b 为标称分配活度; A 为检定分配活度; u 为扩展不确定度。

2.1.3 检定资料统计

为了保证氡气固体源的标准性,在全国范围近90台氡气固体源进行三轮检定的大量资料中,选取资料满足要求的70台次不同量级氡气固体源检定的580个检定数据进行了极限误差统计,结果如表1。

从表中可以看出极限误差在4.0%以下的有59台次,占了81.43%;大于4%的有13台次,占18.17%,而且 $S > 4\%$ 的氡气固体源都能找到原因。这个结果与出厂检验证书给出的值是一致的。

一般来说,结构完好的氡气固体源的准确度不会有问题,已经发现的准确度发生较大变化的氡气固体源都是结构故障引起的。

2.2 稳定性

观测规范规定测氡仪器每年校准一次;《氡气固体源检定规程》规定氡气固体源每三年检定一次。从时间上来讲,后者包含了前者。如果氡气固体源在三年内极限误差不超过4%,那么测氡仪器校准中使用的氡气固体源的稳定性就是没有问题的。

从氡气固体源的原理来说,镭的半衰期为1600多年^{[2]②},它的稳定性应该是没有问题的。经9年3轮的检定结果表明大部分固体氡气源的稳定性是符合要求的。也有部分源出现了问题,其原因将在后面加以分析。

稳定性的计算可以直接用式(2)计算的结果,也可以简单地用相对误差来计算。

2.3 分配活度的重复性

重复性差的氡气固体源表现在多次校准中出现分配活度值忽高忽低,离散度很大(如表2所示)。

在氡气固体源标准装置的重复性检验中常用下式计算^[3]:

$$U = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (Q_i - \bar{Q})^2} \quad (3)$$

① Ltd of Canada Model. Rn-150 No. 129 Certificate of Calibration Radium-226. Pylon Electronic Development Company, 1990.

② 王长岭,唐丰年,杨玉荣.地下水含氧量观测与地震预报探索.1982.

也可以用最大相对偏差计算:

$$\zeta = \frac{Q_i - \bar{Q}}{\bar{Q}} \times 100\% \quad (4)$$

式中 Q_i 为单次测量值; \bar{Q} 为多次测量的平均值。

为了确定氡气固体源的稳定性的控制范围,我们对近几年来检定过的 76 台次 580 个数据进行了统计,标准离差的分布情况见表 3 以及图 1 和图 2。

表 1 部分氡气固体源检定的极限误差

准确度/%	$S < 1.0$	$1.0 < S < 2.0$	$2.0 < S < 3.0$	$3.0 < S < 4.0$	$4.0 < S < 5.0$	$S > 5.0$
台次	22	21	8	6	5	8

表 2 重复性差的氡气固体源

型号	编号	检定分配活度	平均值	$\frac{Q_i - \bar{Q}}{\bar{Q}} \times 100\%$	$\sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (Q_i - \bar{Q})^2}$
FD-3204	92812	20.90	22.01	-4.325 0	0.467 9
		21.93	22.78	0.107 2	3.982 7
		22.20	21.57	1.335 2	-0.718 9
		22.50	21.13	2.704 5	-3.549 0
FD-3024	92847	19.83	19.82	2.804 7	2.752 9
		19.77	19.62	2.493 6	1.716 0
		19.53	18.47	1.249 4	-4.246 0
		18.75	19.48	-2.794 3	0.990 2
RN-150	110	18.08	19.54	-6.267 8	1.301 3
		21.06	21.83	5.852 6	1.299 3
		20.77	22.24	-3.619 5	3.201 9
		22.06	21.83	2.366 6	1.299 3
		21.62	21.95	0.324 8	1.856 1
		21.07		2.227 4	

表 3 氡气固体源检定标准离差分布统计

标准离差	$U < 0.1$	$0.1 \leq U < 0.2$	$0.2 \leq U < 0.3$	$0.3 \leq U < 0.4$	$0.4 \leq U < 0.5$	$U > 0.5$
台次数	8	20	28	15	3	2

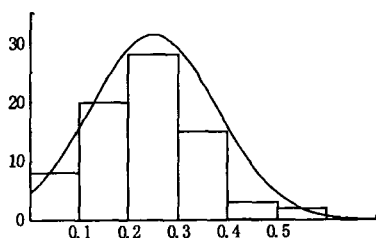


图 1 检定的氡气固体源标准离差分布图

Fig. 1 Distribution of standard deviation for the tested radon solid sources.

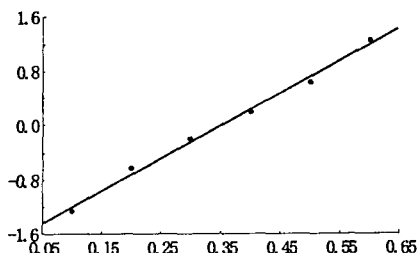


图 2 检定的氡气固体源正态分布检验图

Fig. 2 Test of normal distribution for the testes radon solid sources.

由图 1 和图 2 可见,标准离差符合正态分布。76 组数据 93.42% 分布在标准离差 0.4 以下,最大

相对偏差 3% 以下。因此,重复定性指标可定为标准离差 $S \leq 0.4$,最大相对偏差 $S_{max} \leq 3\%$ 。

3 影响氡气固体源的准确度、稳定性和重复性的主要因素

3.1 氡气固体源的原理^③

如图 3 所示,被封装在一个高度密封的大容器(约 18.9 L)中的镭源²²⁶Ra 自发地不断发生衰变,其衰变产物氡射气封存在储气罐中,储气罐中的氡射气在大约 40 天以后达到放射性平衡。使用时先将容积为 18 mL 的定值分配器抽成真空,再和储气罐接通,真空态的定值分配器从储气罐中吸取 18 mL 氡射气送入测氡仪器检测。所以每次吸出的氡射气应该是一个准确的恒定值。

3.2 密封性

因为氡气固体源的使用中有两个真空操作过程^[4],一是将定值分配器抽成真空,使之具有相当

③ Ltd of Canada. Pylon Model Rn 150 Calibrated Radon Gas Source Instruction Manual. Pylon Electronic Development Company, 1989.

的真空度;二是由真空状态的闪烁室从定值分配器中吸取氡射气。如果密封性不好有漏气存在时,将会导致闪烁室和定值分配器的真空度不够,吸出氡射气的量不定,则分配活度就不准。因此密封性是影响氡气固体源的准确度的重要指标。由氡气固体源的原理图可知,可能发生漏气的部位有以下几个部位。

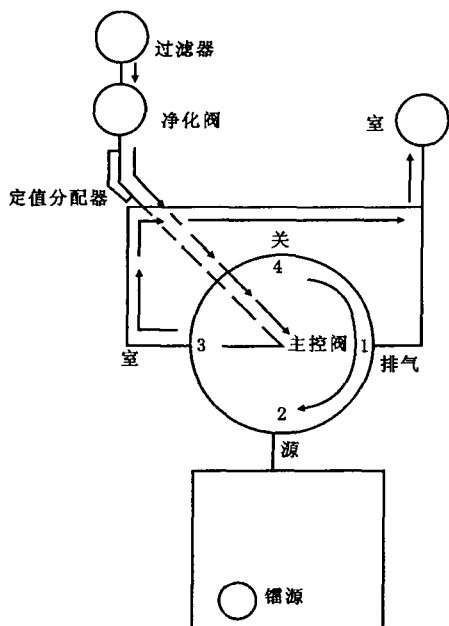


图3 氡气固体源的工作原理示意图
Fig.3 Principle sketch of radon solid source.

(1) 压控铜阀的密封性

在氡气固体源中,所谓定值分配器实际上就是主控阀到净化阀之间的一截管道,其容积对氡气计量值的影响很大。为了防止灰尘和杂物落入,取气嘴制成压控式,不工作时是不通的。使用时要用专用的压控铜阀(图4)压通。当它压下取气嘴上中心杆时,取气咀下部弹簧顶住的密封垫(图5)被按下。铜阀和取气嘴之间严格密封,装有聚四氟乙烯制成

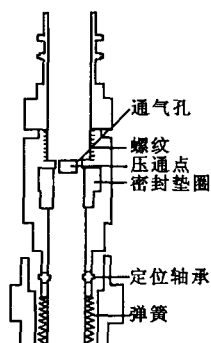


图4 压控铜阀结构剖面示意图

Fig.4 Structure section of press control copper valve.

的密封圈,因不能打开而不能更换。随着使用时间的延伸,使用过程中的反复插拔,密封圈可能会磨损和变形,造成漏气。

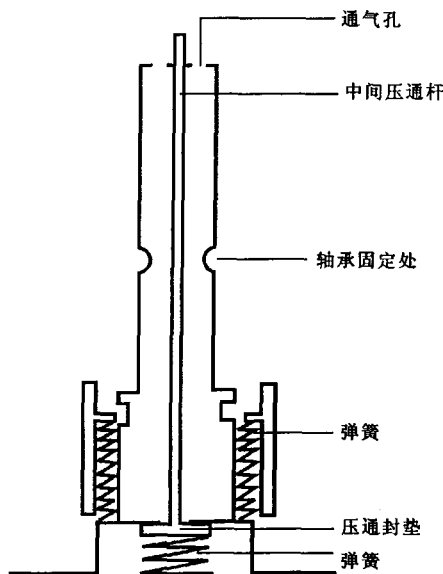


图5 取气嘴的结构示意图

Fig.5 Structure section of the getter vent.

(2) 净化阀的密闭性④

由定值分配器尾端的净化阀是一个针阀,完全打开或关闭旋转约五圈左右。这个地方若关不严而造成漏气,则定值分配器的真空度就会被降低,使得吸源就不够标准。

(3) 主控阀的密封性

主控阀(图3中1、2、3、4)位置的内部结构如图6所示。4是空位关;1、2、3的结构相同,与1和3相连通的都为接室。2是吸源,与源的大储气罐相接。当转动主控阀的手柄使凸轮的凸嘴和1、2、3、4中的一个位置相对时,便将弹簧压紧的密封开关顶启;当凸轮转离这个位置时,该开关在弹簧的作用下又立即封闭。关键是2吸源位置,如果密封垫圈发生粘连不能随开关顶开而开封,就吸不到或者不能足够地吸取氡射气;若弹簧由于长时间受力而失去弹性不能压紧或者受制不能及时压紧而起不到密封作用,就会在抽空时将大源腔中的氡射气不定量地预先吸入管道或闪烁室,造成渗漏,以致每次吸源不一样,造成忽高忽低的结果,甚至出现高出标称值很多的现象。我们在实际检定中,上述三种阀门的漏气和渗漏情况都有所发现,有些还很严重。

④ 李正蒙,李彤起. 测氡仪器固体源标定法(操作技术规程). 国家地震局兰州地震研究所,1988.

3.3 堵塞

在氡气固体源制造中,为了保持定值分配器的容积的精确,内部管道比较细,一个小的杂物颗粒都可能使管道堵塞;随着转动次数的增加,可能挤过来一些润滑和磨损产物等,就会造成管道的部分堵塞,以致吸源过程中气流不畅,吸源不足而和标称分配活度不符。

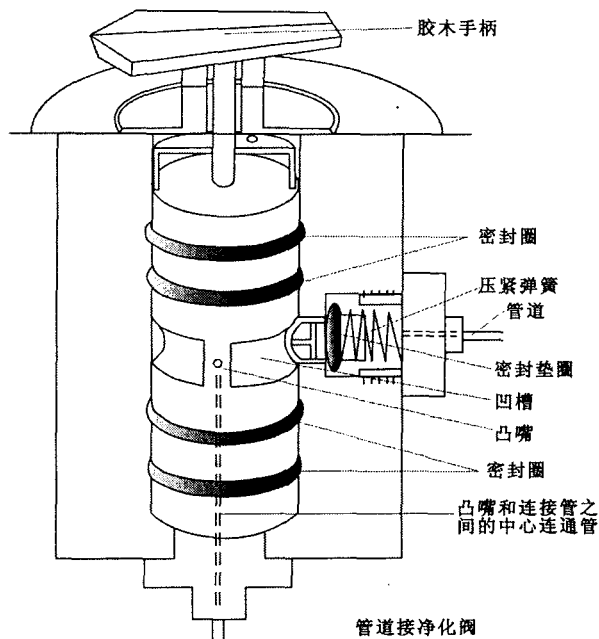


图6 主控阀的内部结构剖面图

Fig. 6 Inner Structure section of main control valve.

3.4 源内镭衰变和内部压力降低引起的误差^[5]

从理论上讲,文献[5]指出的两种误差:即镭源因衰变而减少引起的误差和由于不断取气而使源腔内气体压力降低而造成的误差,在使用了20多年以后的今天是可能存在的,但它产生的误差可以在检定时校准和解决。

因此,密封性和堵塞是影响准确度、稳定性和重复性的两个主要因素。

3.5 保管不善,使用不当

保管不善,使用不当是造成密封性不好和漏气的主要原因。氡气固体源是一种精密的标准装置,应有经过专门培训的人员操作和保管,运输过程中要注意包装和保护。然而氡气固体源一年只用两次,容易被忽视。近年来由于人员更替,原来培训的熟练人员大多离岗,以致操作中注意不够,造成部分氡气固体源准确度和稳定性发生问题。比如取气嘴碰歪,以铜阀插不上去;净化阀口进入硅胶;由于剧烈振荡使内部弹簧受卡而不密封等。

4 结论

任何仪器设备都有一定的寿命,氡气固体源已经服役20多年,维修问题应该受到有关部门的重视。这种氡气固体源主要集中在地震系统使用,社会没有维修力量,因此有关职能部门组织维修力量是当务之急。

总起来说,氡气固体源的准确度、稳定性和重复性,不但关系到观测资料的可靠性,而且在异常落实时,它是检查仪器工作状态最根本的措施,应该引起广泛的重视,否则会影响观测资料的使用价值。使用人员在使用前应该对氡气固体源的完好程度和基本性能有一个起码的了解和判断。同时应该懂得一些基本的维护和检查方法。才能保证校准工作的准确和可靠。

[参考文献]

- [1] 中国技术监督局. 通用计量术语及定义(JJF 1001—1998) [M]. 北京:中国计量出版社,1998.
- [2] 中国科学院原子能研究所. 放射性同位素应用知识[M]. 北京:原子能出版社,1959.
- [3] 浙江大学数学系高等数学教研组. 工程数学概率论和数理统计[M]. 北京:人民教育出版社,1979.
- [4] 李正蒙. 测氡仪器固体源标定法[J]. 地震,1986,(5):42-49.
- [5] 崔井安. 关于Rn-150固体氡气源分配剂量误差的讨论[J]. 东北地震研究,1995,11(3):57-61.