



中华人民共和国国家标准

GB/T 37909—2019

古陶瓷热释光测定年代技术规范

Technical specification for thermoluminescence dating of the
ancient ceramics

2019-08-30 发布

2019-08-30 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 术语和定义	1
3 陶器古剂量测量	4
4 瓷器古剂量测量	5
5 年剂量的测量与计算	6
6 实验室放射源标定	7
7 古陶瓷热释光测定年代的误差	8
8 数据处理和报告	8
附录 A (规范性附录) 细颗粒技术测量陶器古剂量方法	9
附录 B (规范性附录) 瓷器古剂量的测量与计算	12
附录 C (规范性附录) 厚源 α 粒子计数法测量钍和铀的年剂量	14
附录 D (规范性附录) 热释光剂量计测量古遗址的环境剂量率	16
附录 E (规范性附录) 热释光测定年代的误差计算	17
附录 F (资料性附录) 古陶瓷热释光测定年代取样登记表	19
附录 G (资料性附录) 陶器样品热释光测定年代记录表	20
附录 H (资料性附录) 瓷器样品热释光测定年代记录表	21
附录 I (资料性附录) 古陶瓷热释光测定年代报告	22
参考文献	24

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家文物局提出。

本标准由全国文物保护标准化技术委员会(SAC/TC 289)归口。

本标准起草单位:上海博物馆。

本标准主要起草人:夏君定、吴婧玮、王维达、熊樱菲、龚玉武。

浙江文旅标技协

古陶瓷热释光测定年代技术规范

1 范围

本标准规定了古陶瓷热释光测定年代的术语和定义、陶器古剂量测量、瓷器古剂量测量、年剂量的测量与计算、实验室放射源标定、古陶瓷热释光测定年代的误差以及数据处理和报告。

本标准适用于古陶瓷热释光年代测定和真伪鉴别。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

陶器 pottery

以黏土为主要原料,经过成型、干燥等工序后,经过约 800 °C~1 150 °C 的温度烧成的器物。

2.2

瓷器 porcelain

以一种或多种富含硅的天然矿物为原料,经过配料、成型、干燥等工序后,外表施釉,或不施釉,在窑内经过高温约 1 150 °C~1 350 °C 的温度烧成的器物。

2.3

磷光体 phosphor

具有释光特性的石英等矿物晶体。

2.4

热释光测定年代 thermoluminescence dating

用加热激发磷光体中积蓄的辐射能转变为光能的现象来测定陶瓷样品最后一次受热到测定时所经过的时间。

2.5

累积剂量 accumulated dose

陶瓷样品从最后一次受热到测定时所吸收的天然辐照剂量。

2.6

等效 β 剂量 equivalent beta dose

Q_{β}

等效于单位 β 剂量的天然累积剂量。

2.7

等效 α 剂量 equivalent alpha dose

Q_{α}

等效于单位 α 剂量的天然累积剂量。

2.8

环境剂量 environment dose

$\gamma+c$

由埋藏器物环境土壤中的 γ 射线和宇宙射线 c 组成,共同对陶瓷器样品提供放射性剂量。

2.9

标定剂量 calibrating dose

单位时间热释光强度与剂量关系的实验室放射源辐照的标准剂量。

2.10

试验剂量 test dose

在前剂量测定年代技术中,用于诱发瓷器样品 110 °C 热释光峰的剂量。

2.11

α 效率 alpha effectiveness

每戈瑞的 α 辐照剂量与每戈瑞的 β(或者 γ)辐照剂量在诱发热释光上的比率。

2.12

超线性修正值 supralinearity correction

I

在小剂量非线性部分对采用固定灵敏度而少算(或多算)的那部分等效剂量进行修正得到的值。

2.13

古剂量 paleodose

P

陶瓷器烧成后所接受的总的放射性剂量。

2.14

坪区 plateau area

天然热释光与标定剂量热释光之比,随温度变化的曲线中比值相对稳定的温度区域。

2.15

细颗粒技术 fine-grain technique

利用陶瓷样品中天然存在的直径 3 μm~8 μm 的石英等矿物颗粒作为测量样品等效剂量的技术。

2.16

粗颗粒石英技术 quartz inclusion technique

利用陶瓷样品中天然存在的直径 100 μm 左右的石英颗粒作为测量样品等效剂量的技术。

2.17

前剂量测定年代技术 pre-dose dating technique

利用石英的 110 °C 热释光峰的前剂量效应来测定陶瓷器样品古剂量的年代测定技术。

2.18

热激活 thermal activation

将瓷器样品加热到一个能使 110 °C 热释光峰的灵敏度上升至最高的激活温度的过程。

2.19

辐照熄灭 radiation quenching

瓷器样品在放射性同位素辐照作用下,会使 110 °C 热释光峰的灵敏度降低的现象。

2.20

激活法 activation method

在瓷器前剂量测定年代中,根据石英 110 °C 热释光峰的热激活灵敏度与放射源辐照剂量的饱和指数关系求古剂量的方法。

2.21

熄灭法 quenching method

在瓷器前剂量测定年代中,根据石英 110 °C 热释光峰的热激活灵敏度和辐照熄灭灵敏度与放射源辐照剂量的饱和指数关系求古剂量的方法。

2.22

年剂量 annual dose*D*

陶瓷器一年接受的辐照剂量。

注：单位为毫戈瑞每年(mGy/a)。

2.23

含水率修正 correction of moisture content

对陶瓷器及土壤中被水分吸收的一部分剂量进行修正的过程。

2.24

厚源 α 粒子计数法 thick-source alpha counting method

通过测量厚样品的 α 粒子计数率,得到样品中 Th 和 U 年剂量的技术。

2.25

热释光年代 thermoluminescence age

距今年龄

陶瓷样品最后一次受热到测定年代时所经过的年数。

$$A = \frac{P}{D} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——热释光年代,单位为年(a);*P* ——古剂量,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);*D* ——年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)。

2.26

刻度剂量 calibrating dose

陶瓷样品的热释光与实验室放射源辐照的标准剂量热释光比值,以确定这个样品的热释光与标准剂量的关系,得到该样品的热释光灵敏度。

2.27

计时外剂量 offset dose

在 α 源或者 β 源的自动辐照仪中,因自动计时与样品实际辐照时间差别而产生的增加或者减少的剂量。

2.28

吸收剂量 absorbed dose

单位质量物质受辐射后吸收的剂量。

注：单位为戈瑞每克(Gy/g)。

2.29

厚源 thick source

陶器胎的厚度远大于 α 粒子在其中的射程,陶胎中的 α 发射体是一种特定的放射源。

2.30

热释光测年系统 thermoluminescence dating system

测定陶瓷器样品热释光年代的装置。

2.31

抽真空/通氮气系统 vacuum /nitrogen system

通过对仪器样品测量室先抽真空、后通氮气,以抑制非辐射引起的热释光,及用于控制放射源辐照开关的装置。

2.32

热释光计数 thermoluminescence counts

对某一段温度范围的热释光曲线面积进行积分计数。

3 陶器古剂量测量

3.1 细颗粒技术

3.1.1 细颗粒样品制备

细颗粒样品制备分为丙酮浮选法和水浮选法,见附录 A。

取自陶器胎体的样品,通过粉碎、筛选、浮选,得到直径 3 μm~8 μm 石英等矿物颗粒样品。再通过悬浮,沉淀在直径 9.5 mm 的圆片上。样品厚度不大于 10 μm。

3.1.2 样品的等效剂量 Q、等效 α 剂量 Q_α 和 α 相对热释光效率 a 的测量与计算

用数学方程式对天然热释光、天然加 β 剂量热释光和天然加 2β 剂量热释光三组热释光强度和剂量关系作直线回归。从直线方程得到线性相关系数 r 和等效剂量 Q。用同样方法,从另外三组加 α 剂量热释光强度的线性回归中得到等效 α 剂量 Q_α。

α 热释光相对效率 a = Q/Q_α。

具体测量方法见附录 A。

3.1.3 测量超线性修正值 I

取已经测量过天然热释光的 5 个样品,分别辐照 1β 至 5β 剂量,测量 5 个样品的第二次热释光曲线。将热释光强度和 β 剂量作线性回归,从外推法或者直线方程得到超线性修正值。

3.1.4 陶器古剂量的计算(细颗粒法)

等于等效剂量加超线性修正,即

$$P = Q + I \dots\dots\dots(2)$$

式中:

P —— 古剂量,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);

Q —— 等效剂量,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);

I —— 超线性修正值,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy)。

3.2 粗颗粒石英技术

3.2.1 石英样品制备

陶片样品通过粉碎和筛选,取直径 80 μm~120 μm 矿物颗粒样品 200 mg,用 HF 去除其表面 α 剂量,用磁选仪去除磁性物质,取石英颗粒样品不少于 100 mg,待用。

3.2.2 等效剂量 Q 测定

每次称取制备好的粗颗粒石英样品 10 mg,分别测量样品的天然热释光和天然加实验室 β 至 5β 剂量热释光。将它们的热释光强度和 β 剂量数据作直线回归,从直线回归方程得到线性相关系数 r 和等效剂量 Q。

3.2.3 测量超线性修正值 I

与细颗粒法相同(见 3.1.3)。

3.2.4 陶器古剂量的计算(粗颗粒石英法)

与细颗粒法相同(见 3.1.4)。

4 瓷器古剂量测量

4.1 瓷器古剂量 P

瓷器的古剂量主要是由瓷胎中的铀(U)、钍(Th)、钾(K)提供的 β 剂量和环境提供的 γ 剂量及宇宙射线 c 组成。 α 剂量因在前剂量技术中比分极小和受薄片样品厚度和颗粒样品直径衰减而忽略不计。

4.2 瓷器样品制备

将瓷器样品制备成符合热释光测量要求的样品,通常采用瓷薄片法或大颗粒法。
见附录 B。

4.3 前剂量饱和指数法

4.3.1 前剂量技术

瓷器样品在实验室中以一定速率加热至激活温度,即使辐照相同的试验剂量,110 °C 产生的热释光峰的灵敏度也会因以前所加的剂量不同而异。以前所加的剂量大,诱发的热释光也大,反之则小。这种由试验剂量产生的热释光与以前所加剂量成正相关的关系称“前剂量效应”。

把瓷器样品加热到激活温度,下一次接受的试验剂量的热释光灵敏度会大幅度增加,这个增加量与样品激活前所接受的总剂量即古剂量或两次激活之间所加剂量即标定剂量成正比。用前后两次试验剂量中增加的热释光灵敏度计算古剂量就是“前剂量技术”。

4.3.2 热激活特性(TAC)测试

取制备好的瓷器样品,从 200 °C 开始,每隔 50 °C 加热一次,直到 700 °C。测量每次加热后的灵敏度 S ,作灵敏度随加热温度变化的曲线,即该样品的 TAC 曲线。

4.3.3 根据饱和指数函数求古剂量

4.3.3.1 激活法求古剂量

古剂量 P 的计算公式:

$$P = -B \ln \left(1 - \frac{S_N - S_0}{S_\infty - S_0} \right) - \beta' \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{其中, } S_\infty = -a/b \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$B = -\beta/\ln(1+b) \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

P ——古剂量,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);

B ——常数,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);

S_N ——天然累积剂量激活灵敏度,单位为安培每瓦特(A/W);

S_0 ——原始灵敏度,单位为安培每瓦特(A/W);

- S_{∞} ——饱和灵敏度,单位为安培每瓦特(A/W);
- a ——灵敏度变化线性函数的截距;
- b ——灵敏度变化线性函数的斜率;
- β ——标定剂量,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);
- β' ——试验剂量,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy)。

4.3.3.2 熄灭法求古剂量

熄灭法古剂量计算公式与激活法相同,只是参数含义不同。见附录 B。

4.3.3.3 熄灭率测定

瓷器样品接受一个实验室 β 辐照剂量后,其灵敏度下降,被称为“熄灭”。

熄灭率按照下式计算:

$$Q = - \left(\frac{S_{i+1} \downarrow - S_i}{S_i} \right) \frac{1}{\beta} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- Q ——熄灭率,%;
- $S_{i+1} \downarrow$ ——第 $i+1$ 步的熄灭灵敏度,单位为安培每瓦特(A/W);
- S_i ——第 i 步的灵敏度,单位为安培每瓦特(A/W);
- β ——实验室辐照的标定剂量,单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy)。

5 年剂量的测量与计算

5.1 年剂量

陶瓷器的年剂量主要由样品中的 U 和 Th 提供的 α 剂量和 β 剂量、 ^{40}K 提供的 β 剂量以及环境提供的 γ 剂量和宇宙射线剂量组成。

年剂量计算公式:

$$D = [D_{\alpha} + D_{\beta(\text{Th+U})} + D_{\beta(\text{K})} + D_{\gamma+\text{C}}] \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- D ——年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a);
- D_{α} ——U 和 Th 提供的 α 年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a);
- $D_{\beta(\text{Th+U})}$ ——U 和 Th 提供的 β 年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a);
- $D_{\beta(\text{K})}$ —— ^{40}K 提供的 β 年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a);
- $D_{\gamma+\text{C}}$ ——环境提供的 γ 年剂量和宇宙射线年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)。

5.2 K 含量测定

通过中子活化分析、原子吸收分光光度计、离子色谱仪或火焰光度计分析等方法测量样品中的钾含量。

5.3 U、Th 含量测定

厚源 α 粒子计数法测量 U 和 Th 的年剂量,见附录 C。

5.4 含水率测定与修正

对遗址中采集的陶器样品密封,在实验室称其重量,然后烘干,再称其重量,相减得到水分重量。水

分与其干燥样品重量之比得到含水率 W ，采用 Zimmerman 的三个公式进行含水率修正。

$$D_{\alpha} = \frac{D_{\alpha(d)}}{1 + 1.50WF} \quad \dots\dots\dots(8)$$

$$D_{\beta} = \frac{D_{\beta(d)}}{1 + 1.25WF} \quad \dots\dots\dots(9)$$

$$D_{\gamma} = \frac{D_{\gamma(d)}}{1 + 1.14W'F} \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中：

D_{α} ——潮湿样品的 α 年剂量，单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)；

$D_{\alpha(d)}$ ——干燥样品的 α 年剂量，单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)；

W ——陶器含水率，%；

F ——地下水波动因子；

D_{β} ——潮湿样品的 β 年剂量，单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)；

$D_{\beta(d)}$ ——干燥样品的 β 年剂量，单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)；

D_{γ} ——潮湿样品的 γ 年剂量，单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)；

$D_{\gamma(d)}$ ——干燥样品的 γ 年剂量，单位为戈瑞每年(Gy/a)或毫戈瑞每年(mGy/a)；

W' ——陶器出土处土壤含水率，%。

5.5 热释光剂量计(TLD)测量考古遗址的环境剂量率

把热释光剂量计掩埋在被测陶器样品出土地点 30 cm 半径范围内，掩埋时间为 3 个月~1 年，用以测量环境中的放射性剂量。见附录 D。

6 实验室放射源标定

6.1 β 源($^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$)

6.1.1 热释光仪器中的 β 源

通常为圆形金属板源。 ^{90}Sr 半衰期 28 年，最大能量仅 0.54 MeV。其子体 ^{90}Y 半衰期 64 h，最大能量为 2.26 MeV。

6.1.2 用 γ 剂量标定

用一个已知放射性剂量的 γ 源辐照热释光剂量元件标定 β 源，把 γ 剂量传递给 β 源。

6.1.3 用已刻度的天然铀块标定

用一块已知放射性剂量的天然铀块辐照热释光剂量元件标定 β 源，得到这个 β 源的辐照剂量率。

6.2 α 源(^{241}Am 或者 ^{244}Cm)

6.2.1 热释光仪器中的 α 源

热释光测定古陶瓷年代中 α 源主要使用 ^{241}Am 和 ^{244}Cm 。

6.2.2 α 源标定

通过 $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$ 超薄型热释光剂量元件，把一个已知强度 S 的 α 源，刻度另一个未知强度 α 源。强度 S 为 α 粒子经过石英时单位时间的总径迹长度密度，单位： $\mu\text{m}^{-2}/\text{min}$ 。

7 古陶瓷热释光测定年代的误差

热释光年代测定误差计算方法见附录 E。

8 数据处理和报告

8.1 取样登记

陶器和瓷器取样后应分别登记在各自表格上,具体格式参见附录 F。

8.2 年代测定记录

陶器热释光测定年代时应填写陶器热释光测定年代记录表,以记录每一步测量的数据。具体格式参见附录 G。

瓷器热释光测定年代时应填写瓷器热释光测定年代记录表,以记录每一步测量的数据。具体格式参见附录 H。

8.3 年代测定报告

热释光测定年代报告,具体格式参见附录 I。

附录 A

(规范性附录)

细颗粒技术测量陶器古剂量方法

A.1 概述

细颗粒技术是选择在样品中天然存在的直径 $3\ \mu\text{m}\sim 8\ \mu\text{m}$ 的颗粒作为测定古剂量的样品。主要是考虑 α 粒子在陶器中的射程。 α 粒子在陶器中的射程为 $15\ \mu\text{m}\sim 50\ \mu\text{m}$ ，只有直径小于 $10\ \mu\text{m}$ 的颗粒，才能被 α 射线完全穿透，接受的剂量没有受到明显的衰减。

A.2 样品制备

A.2.1 丙酮浮选法

A.2.1.1 用工具将陶片样品粉碎，用孔径 $60\ \mu\text{m}$ (250 目) 的分样筛选取直径小于 $60\ \mu\text{m}$ 的颗粒，待用。粉碎中避免样品受热，避免样品收到剧烈冲击。

A.2.1.2 取 $400\ \text{mg}$ 细颗粒样品放入一只 $150\ \text{mL}$ 的烧杯，用丙酮浮选。

A.2.1.3 用一烧杯，加入丙酮高 $60\ \text{mm}$ ，摇晃后烧杯放进超声波浴槽内振动数分钟，烧杯静置 $2\ \text{min}$ 后，把悬浮液倒入另一烧杯，再静置 $20\ \text{min}$ ，倒掉悬浮液，烧杯内留下的颗粒就是测定年代需要的细颗粒样品。

A.2.1.4 取 30 只直径 $11\ \text{mm}$ 的平底试管，每只试管内放一个直径 $9.5\ \text{mm}$ 不锈钢圆片或铝质圆片(下文简称圆片)。在盛有细颗粒样品的烧杯内，倒入丙酮，使细颗粒均匀悬浮。用滴定管汲取等量悬浮液，注入装有圆片的试管内。

A.2.1.5 把 30 只试管竖立在试管架上，放入 $50\ ^\circ\text{C}$ 的干燥箱，待细颗粒完全沉淀到圆片上后，用虹吸管将大部分的丙酮吸掉，然后在干燥箱中让丙酮自然挥发。干燥后，圆片样品从试管中取出。每一只试管沉淀制备一个圆片样品。根据测量需要制备样品数量。

A.2.2 水浮选法

A.2.2.1 用工具将陶片样品粉碎，用孔径 $60\ \mu\text{m}$ (250 目) 的分样筛选取直径小于 $60\ \mu\text{m}$ 的颗粒，待用。粉碎中避免样品受热，避免样品收到剧烈冲击。

A.2.2.2 在一只 $150\ \text{mL}$ 的烧杯内放入 $400\ \text{mg}$ 样品，用蒸馏水浮选。

A.2.2.3 加入蒸馏水，至杯的高度 $70\ \text{mm}$ 。搅拌后，将烧杯静置 $10\ \text{min}$ 。这时，直径大于 $8\ \mu\text{m}$ 的颗粒已经沉淀到烧杯的底部，悬浮的都是直径小于 $8\ \mu\text{m}$ 的颗粒。

A.2.2.4 把这个烧杯内的悬浮液慢慢地倒入另一个 $150\ \text{mL}$ 的烧杯，静置 $60\ \text{min}$ 。 $60\ \text{min}$ 后仍旧悬浮的颗粒均小于直径 $3\ \mu\text{m}$ 。

A.2.2.5 将颗粒小于 $3\ \mu\text{m}$ 的悬浮液倒掉，烧杯中留下的是 $3\ \mu\text{m}\sim 8\ \mu\text{m}$ 的细颗粒样品。悬浮和沉淀时间分别取 $10\ \text{min}$ 和 $60\ \text{min}$ 是根据 Stokes 公式(A.1)计算得到的近似值。

$$S = \frac{9\eta h}{2(\rho - \rho')gr^2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

S ——悬浮和沉淀时间，单位为秒(s)；

η ——水在 $20\ ^\circ\text{C}$ 时的黏滞系数，单位为帕斯卡秒(Pa·s)；

- h ——烧杯中水的高度,单位为毫米(mm);
- ρ ——细粒样品的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- ρ' ——水的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- g ——重力加速度,单位为米每二次方秒(m/s^2);
- r ——样品颗粒的直径,单位为毫米(mm)。

将直径 $3\ \mu\text{m}\sim 8\ \mu\text{m}$ 细颗粒样品沉淀到圆片上,制成圆片样品。

A.2.2.6 一个直径 80 mm 的布氏(平底)漏斗。在出口处安装一个流量控制开关。漏斗内放置一块圆形玻璃片,玻璃片上放大约 30 个直径 9.5 mm 圆片。

A.2.2.7 在盛有细颗粒样品的烧杯内倒入适量的蒸馏水,使细颗粒再次悬浮,然后将悬浮液慢慢地倒入漏斗。在悬浮液倒入时,用一块装有手柄,并打孔的金属圆板压在圆片上,防止悬浮液倒入时引起圆片移动。当悬浮液倒入漏斗后,立即将金属压板从漏斗中取出,细颗粒就均匀地沉降到圆片上。

A.2.2.8 当细颗粒完全沉积到圆片上后,打开流量控制开关,漏斗开始放水。放水速度由快到慢,当样品快脱离水面时,放水的速度控制在每 15 s 一滴,直到水滴干。取出样品,在 $50\ ^\circ\text{C}$ 中烘干,备用。如果在一次制备样品过程中需要得到更多的圆片样品,只要使用直径大的漏斗,同时按布氏漏斗直径的比例增加样品投入量。一般测定年代使用 30 个平行样品即可。

A.3 等效剂量测定

将陶器古剂量中的四种自然辐照剂量归一到 β 剂量,称为“等效 β 剂量”,用符号 Q 表示。

具体测量步骤如下:

- a) 取圆片样品 25 个,分成 A、B、C、D 和 E5 组,每组 5 个。B 组和 C 组分别用实验室 $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ 源辐照一个与样品天然热释光强度相当的 β 剂量和 2β 剂量。
- b) 分别测量 A 组样品天然热释光 G_N 曲线和 B、C 两组天然热释光加实验室 β 和 2β 剂量热释光 $G_{N+\beta}$ 和 $G_{N+2\beta}$ 曲线。
- c) 坪区测试:为了选择被测量样品的“热稳定区”,需要对每个样品做坪区测试。
- d) 将三组热释光强度和所加的 β 剂量关系作坐标图。直线延长与剂量轴相交的截距 Q 就是等效剂量。亦可使用一元线性方程回归,从直线方程的常数项得到截距 Q ,同时得到线性相关系数 r 。
- e) 如果已经证明这个样品在上述 β 剂量范围内线性相关比较好,可以用式(A.2)计算样品的等效剂量 Q :

$$Q = \left[\frac{G_N}{(G_{N+\beta} - G_N)/f_\beta} \right] \times \beta \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

- f_β ——金属圆片对 β 粒子的反散射系数;
- β ——标定剂量,单位为戈瑞(Gy)。

A.4 α 效率 a 测定

a 值是石英的每戈瑞的 α 辐照剂量与每戈瑞的 β 辐照剂量诱发热释光之比。

$$a = \frac{Q}{13.6S} \quad \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

- Q ——等效 β 剂量,单位为戈瑞(Gy);

S —— α 源的强度,单位为贝可勒尔每千克(Bq/kg)。

测量步骤如下:

- 将 D 组和 E 组样品用实验室 α 源 ^{241}Am 辐照一个与其天然热释光强度相当的 α 和 2α 剂量。
- 分别测量 D 组和 E 组天然热释光加实验室 α 和 2α 剂量热释光 $G_{N+\alpha}$ 曲线和 $G_{N+2\alpha}$ 曲线。
- 将 A、D、E 三组热释光强度和所加的 α 剂量作线性回归,从直线方程的常数项得到等效 α 剂量 Q_α 。
- 如果已经证明这个样品在上述 α 剂量范围内线性相关比较好,也可以用式(A.4)计算样品的等效 α 剂量 Q_α :

$$Q_\alpha = \left[\frac{G_N}{(G_{N+\alpha} - G_N)} \right] \times \alpha \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

α ——实验室辐照的 α 剂量,单位为戈瑞(Gy)。

- Q 和 Q_α 之比就是这个样品的 α 效率 a :

$$a = \frac{Q}{Q_\alpha} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

a 是石英的 α 效率,如果样品不是石英,需要用式(A.6)转换。

$$a = r \cdot k_{3.7} \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

r ——其他物质和石英的质量阻止本领比率, %;

$k_{3.7}$ ——其他物质在能量为 3.7 MeV 的 α 粒子辐照下得到的 α 外辐照热释光效率, %。

需要注意, a 是用实验室的 α 源辐照得到的,它是 α 外辐照效率,而样品在陶器内部接受的 α 剂量是内部辐照,所以计算年代也要用 α 内辐照效率 k 。外辐照效率 a 乘内外辐照效率转换系数 0.85 就是 α 内辐照效率 k 。即 $k = 0.85a$ 。

附 录 B
(规范性附录)
瓷器古剂量的测量与计算

B.1 概述

瓷器古剂量用“前剂量饱和指数法”测定。瓷器样品有薄片和大颗粒两种。

B.2 薄片样品制备**B.2.1 样品的钻取**

钻头是一个金刚砂空心管钻,钻孔直径可以根据需要选择,一般采用内径为 3 mm。取样应该在瓷器圈足、底座或不影响外观的隐蔽处,钻取样品时应用水冷却。

B.2.2 切片

用高精密度的微切片机把钻取的圆柱形瓷器样品切割成厚度 0.2 mm 的薄片,平行薄片样品的分散性小于或等于 10%。一般需要 3~5 块薄片样品,切片时应用水冷却。

B.3 大颗粒样品制备

将瓷器样品去釉,用工具粉碎,分别过孔径 200 μm (80 目)的分样筛和孔径 125 μm (120 目)的分样筛,筛选出 125 μm ~200 μm 的颗粒样品 50 mg 备用。每次测量需用样品 10 mg。

B.4 热激活特性(TAC)曲线测定

取已经制备好的一个瓷器薄片样品或者一份大颗粒样品,从 350 $^{\circ}\text{C}$ 开始测量热激活灵敏度 S 。 S 强度采用热释光峰的积分值。加热速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 。每隔 50 $^{\circ}\text{C}$ 测量一个热激活灵敏度,直到 700 $^{\circ}\text{C}$ 。作热激活灵敏度随加热温度变化的曲线。从 TAC 曲线中确定热激活灵敏度最高的加热温度。

B.5 热激活和辐照熄灭灵敏度测量

取一个已经制备好的瓷器薄片样品或者一份大颗粒样品,用前剂量饱和指数法中的“熄灭法”测量 8 个灵敏度: S_0 、 S_N 、 $S_{N\downarrow}$ 、 $S_{N+\beta}$ 、 $S_{N+\beta\downarrow}$ 、 $S_{N+2\beta}$ 、 $S_{N+2\beta\downarrow}$ 和 $S_{N+3\beta}$ 。

具体测量步骤如下:

- a) 将样品加热到 150 $^{\circ}\text{C}$,测量样品的原始灵敏度 S_0 。加热速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$,试验剂量 100 mGy。
- b) 将样品加热到热激活温度。加热速率 2 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 。
- c) 将样品加一个试验剂量,测量样品天然热释光的热激活灵敏度 S_N 。
- d) 给样品辐照一个实验室 β 标定剂量 3 Gy,测量 β 辐照剂量熄灭灵敏度 $S_{N\downarrow}$ 。
- e) 将样品加热到相同的激活温度。
- f) 将样品加一个试验剂量,测量样品天然加 β 剂量的激活灵敏度 $S_{N+\beta}$ 。

- g) 重复步骤 d)~f), 测量样品天然加 β 剂量的熄灭灵敏度 $S_{N+\beta\downarrow}$ 和天然加 2β 剂量的激活灵敏度 $S_{N+2\beta}$ 。
- h) 重复步骤 d)~f), 测量样品天然加 β 剂量的熄灭灵敏度 $S_{N+\beta\downarrow}$ 和天然加 3β 剂量的激活灵敏度 $S_{N+3\beta}$ 。

B.6 古剂量计算

B.6.1 灵敏度线性回归

灵敏度变化 ΔS_i 为灵敏度 S_i 的线性函数, 它们分别为: $\Delta S_1 = S_{N+\beta} - S_{N\downarrow}$ 、 $\Delta S_2 = S_{N+2\beta} - S_{N+\beta\downarrow}$ 和 $\Delta S_3 = S_{N+3\beta} - S_{N+2\beta\downarrow}$ 。再将 $(\Delta S_1, S_{N\downarrow})$ 、 $(\Delta S_2, S_{N+\beta\downarrow})$ 和 $(\Delta S_3, S_{N+2\beta\downarrow})$ 三对数据用一元线性方程回归, 从方程 $\Delta S_i = a + bS_i$ 得到截距 a 和斜率 b 。同时得到线性相关系数 r 。

B.6.2 古剂量计算

古剂量计算方法如下:

$$S_{\infty} = -a/b \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

$$B = -\beta/\ln(1+b) \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

两个关系式, 得到饱和灵敏度 S_{∞} 和常数 B , 再根据式(B.3)计算古剂量 P 。

$$P = -B \ln\left(1 - \frac{S_N - S_0}{S_{\infty} - S_0}\right) - \beta' \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

- a ——灵敏度变化线性函数的截距;
- b ——灵敏度变化线性函数的斜率;
- β ——标定剂量, 单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);
- P ——古剂量, 单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);
- B ——常数, 单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy);
- S_N ——天然累积剂量激活灵敏度, 单位为安培每瓦特(A/W);
- S_0 ——原始灵敏度, 单位为安培每瓦特(A/W);
- S_{∞} ——饱和灵敏度, 单位为安培每瓦特(A/W);
- β' ——试验剂量, 单位为戈瑞(Gy)或毫戈瑞(mGy)。

附录 C
(规范性附录)

厚源 α 粒子计数法测量钍和铀的年剂量

C.1 厚源 α 粒子计数方法的测量条件

C.1.1 硫化锌(ZnS)闪烁屏和样品的直径均为 42 mm。

C.1.2 甄别器的阈因子对钍是 0.85,对铀是 0.82。

C.2 从总 α 计数率直接计算年剂量

C.2.1 α 年剂量

样品中只有 Th 系的 α 年剂量(单位为 mGy/a):

$$D_{\alpha(\text{Th})} = (0.182/0.123) \dot{\alpha}_{\text{Th}} = 1.480 \dot{\alpha}_{\text{Th}} \dots\dots\dots(\text{C.1})$$

式中:

$\dot{\alpha}_{\text{Th}}$ ——Th 系样品的总 α 计数率,单位为计数每秒(计数 · s⁻¹)。

样品中只有 U 系的 α 年剂量,(单位为 mGy/a):

$$D_{\alpha(\text{U})} = (0.217/0.132) \dot{\alpha}_{\text{U}} = 1.644 \dot{\alpha}_{\text{U}} \dots\dots\dots(\text{C.2})$$

式中:

$\dot{\alpha}_{\text{U}}$ ——U 系样品的总 α 计数率,单位为计数每秒(计数 · s⁻¹)。

在 Th 系和 U 系放射性相等的样品中,α 年剂量 D_{α} 应该为上述两种情况的平均值(单位为 mGy/a),即

$$D_{\alpha} = 1.562 \dot{\alpha} \dots\dots\dots(\text{C.3})$$

用总 α 计数率 $\dot{\alpha}$ 计算年剂量时,假定样品中的 Th 和 U 的放射性是相同的。

C.2.2 β 年剂量

只有 Th 系样品的 β 年剂量(单位为 mGy/a):

$$D_{\beta(\text{Th})} = (0.007\ 06/0.123) \dot{\alpha}_{\text{Th}} = 0.057 \dot{\alpha}_{\text{Th}} \dots\dots\dots(\text{C.4})$$

只有 U 系样品的 β 年剂量(单位为 mGy/a):

$$D_{\beta(\text{U})} = (0.011\ 31/0.132) \dot{\alpha}_{\text{U}} = 0.086 \dot{\alpha}_{\text{U}} \dots\dots\dots(\text{C.5})$$

当样品中 Th 系和 U 系放射性相等时,β 年剂量 D_{β} 为上述两种情况的平均值(单位为 mGy/a),即

$$D_{\beta} = 0.072 \dot{\alpha} \dots\dots\dots(\text{C.6})$$

这个结果也是假定样品中的 Th 和 U 的放射性是相同的。如果样品中只有 Th,得到的 β 年剂量将比真值高 20%;反之,只有 U,则比真值低 20%。

C.2.3 γ 年剂量

只有 Th 系样品的 γ 年剂量(单位为 mGy/a):

$$D_{\gamma(\text{Th})} = (0.012\ 66/0.123) \dot{\alpha}_{\text{Th}} = 0.103 \dot{\alpha}_{\text{Th}} \dots\dots\dots(\text{C.7})$$

只有 U 系样品的 γ 年剂量(单位为 mGy/a):

$$D_{\gamma(\text{U})} = (0.008\ 91/0.132) \dot{\alpha}_{\text{U}} = 0.068 \dot{\alpha}_{\text{U}} \dots\dots\dots(\text{C.8})$$

当样品中 Th 系和 U 系放射性相等时, γ 年剂量为上述两种情况的平均值(单位为 mGy/a), 即

$$D_{\gamma} = 0.086 \dot{\alpha} \quad \dots\dots\dots (C.9)$$

γ 年剂量对 Th/U 比的依赖性与 β 相同, 即在两种极端情况中, 都与真实剂量率相差 20%, 但是高低相反。在 β 辐射中, 铀高 20%, 钍低 20%; 在 γ 辐射中, 钍高 20%, 铀低 20%。 β 剂量是陶瓷器内部放射性物质提供, 而 γ 是器物的环境提供, 器物内部和外部不大可能有相同的钍/铀比, 这一高一低不能相互抵偿。

各个热释光测定年代实验室使用的厚源 α 粒子计数器规格不尽相同, 计数器在使用前应先检查仪器的规格和测量条件, 标定自己的 α 计数器, 并根据自己的测量条件重新计算 α 、 β 和 γ 年剂量。

浙江文旅标技委

附录 D

(规范性附录)

热释光剂量计测量古遗址的环境剂量率

D.1 概述

用于测量环境剂量率的热释光剂量计(TLD)应该具有下列的性能和特点:

- 灵敏度高,测量下限低,在 0.01 mGy~0.05 mGy;
- 1~2 年内的衰退可以忽略;
- 在热释光实验室中容易制备;
- 能够重复使用;
- 磷光体自身剂量可以忽略;
- 退火过程简单;
- γ 能量响应与测定年代的物质(以石英为代表)基本相同。

D.2 测量方法

将封有热释光剂量计的胶囊缚在绳上,放入不锈钢管内。把不锈钢管放入需要测量的地层。根据测量深度,在绳上缚几个热释光剂量计。但是不锈钢管中的热释光剂量计在遗址中有效探测距离只有 30 cm。如果在 30 cm 以外的地层采集标本,则需在该处另外再放一根含有热释光剂量计不锈钢管,以此类推。胶囊内磷光体颗粒数量不限,几十毫克到几百毫克均可。这取决于使用的磷光体和热释光测量仪器的灵敏度。

为了得到比较准确的环境剂量率,通常剂量计埋放时间为 3~6 个月或更长。

D.3 土壤的环境 γ 剂量率和宇宙射线剂量率

如果没有条件用热释光剂量计直接测量遗址的环境剂量率,可以在采集陶片样品时取周围土壤 100 g 左右,带到实验室测量环境 γ 剂量率。

在实验室测量土壤样品的 γ 剂量率有两种方法,一种是厚源 α 粒子计数,与测量陶瓷器样品方法相同;另一种是闪烁 γ 谱仪或者半导体 γ 谱仪。一般用厚源 α 粒子计数法,将测量得到的总 α 计数率用公式

$$D_{\gamma} = 0.085 \dot{\alpha} \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

计算其 γ 剂量率(mGy/a)。

在实验室测量土壤的 γ 剂量率时,不包括宇宙射线。宇宙射线在地表以上的剂量率为 0.3 mGy/a,在地表以下 30 cm 时宇宙射线剂量率为 0.15 mGy/a,所以在一般情况下,从遗址发掘出土的古陶瓷,其宇宙射线年剂量可以取这个值。

在古陶瓷样品的真伪测定中,样品大多数是传世品,即使从遗址出土,埋藏地点和深度也无从考证。环境年剂量 $D_{\gamma+c}$ (γ 年剂量+宇宙射线年剂量)经常应采用经验值 1 mGy/a。

附 录 E
(规范性附录)
热释光测定年代的误差计算

E.1 概述

热释光测定年代主要测量两个参数——古剂量和年剂量,年代误差由这两个参数误差叠加而成。一个热释光年代的误差来自测量误差、实验误差和方法误差。后两个误差主要是系统误差,属于实验方法的改进和提高。当测量方法规范化以后,这些误差为一固定值。这时,每一个热释光年代误差主要来自测量误差。

本附录的所有误差均用一个标准偏差($\pm 1\sigma$,置信度 68%)表示。

E.2 陶器样品热释光年代误差**E.2.1 古剂量误差**

古剂量 P 的相对标准偏差 E_P 为:

$$E_P = \sqrt{\left(\frac{Q}{P} \cdot E_Q\right)^2 + \left(\frac{I}{P} \cdot E_I\right)^2} \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

Q ——等效剂量,单位为戈瑞(Gy);

P ——古剂量,单位为戈瑞(Gy);

E_Q ——等效剂量的相对标准偏差,%;

I ——超线性修正值,单位为戈瑞(Gy);

E_I ——超线性修正值的相对标准偏差,%。

E.2.2 年剂量误差

年剂量的相对标准偏差 E_D 为:

$$E_D = [E_{D(\alpha)}^2 + E_{D(\beta)}^2 + E_{D(\gamma+\text{e})}^2]^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (E.2)$$

式中:

$E_{D(\alpha)}$ —— α 年剂量引起的相对标准偏差,%;

$E_{D(\beta)}$ —— β 年剂量引起的相对标准偏差,%;

$E_{D(\gamma+\text{e})}$ —— γ 加宇宙射线年剂量引起的相对标准偏差,%。

E.2.3 年代误差

热释光年代为古剂量与年剂量的比值。年代的相对标准偏差 E_A 是古剂量误差和年剂量误差的叠加。

$$E_A = \sqrt{(E_P)^2 + (E_D)^2} \dots\dots\dots (E.3)$$

E.3 瓷器样品热释光测定年代误差

E.3.1 古剂量误差

古剂量 P 的相对标准偏差为：

$$E_P = \frac{\sqrt{(P' \cdot E_{P'})^2 + (\beta' \cdot E_{\beta'})^2}}{P} \times 100\% \dots\dots\dots (E.4)$$

式中：

P' ——古剂量与试验剂量之和,单位为戈瑞(Gy)；

$E_{P'}$ ——古剂量与试验剂量之和的相对标准偏差,％；

$E_{\beta'}$ ——试验剂量的相对标准偏差,％。

E.3.2 年剂量误差

年剂量误差 E_D 为：

$$E_D = \left[\left(\frac{D_{\beta(\text{Th+U})}}{D} \cdot E_{\beta(\text{Th+U})} \right)^2 + \left(\frac{D_{\beta(\text{K})}}{D} \cdot E_{\beta(\text{K})} \right)^2 + \left(\frac{D_{\gamma+c}}{D} \times 0.50 \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \times 100\% \dots\dots\dots (E.5)$$

式中：

$D_{\beta(\text{Th+U})}$ ——钍和铀提供的 β 年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)；

$E_{\beta(\text{Th+U})}$ ——钍和铀提供的 β 年剂量的相对标准偏差,％；

$D_{\beta(\text{K})}$ ——钾提供的 β 年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)；

$E_{\beta(\text{K})}$ ——钾提供的 β 年剂量的相对标准偏差,％；

$D_{\gamma+c}$ —— γ 和宇宙射线提供的年剂量,单位为戈瑞每年(Gy/a)。

E.3.3 年代误差

前剂量饱和指数法测定瓷器年代的相对标准偏差 E_A ：

$$E_A = \sqrt{(E_P)^2 + (E_D)^2} \dots\dots\dots (E.6)$$

式中：

E_P ——古剂量的相对标准偏差,％；

E_D ——年剂量的相对标准偏差,％。

附 录 F
(资料性附录)

古陶瓷热释光测定年代取样登记表

古陶瓷热释光测定年代取样登记表见表 F.1。

表 F.1 古陶瓷热释光测定年代取样登记表

样品名称		烧制窑口		编号:
样品尺寸	直径(mm):	口径(mm):	腹径(mm):	底径(mm):
	通高(mm):	长(mm):	宽(mm):	
委托人信息	姓名		联系地址	
	身份证号		联系电话	
样品来源		预期测定时代		
取样部位		热释光年代(距今/年)		
取样前照片		取样后照片		备注:
送测时间		送测者签字		接受者签字
<p>注 1: 热释光取样可能对器物样品造成损害, 取样者不承担任何法律与经济责任。</p> <p>注 2: 取样者不负责修复或赔偿任何取样造成的损失。</p> <p>注 3: 热释光测定结果以样品信息未经任何人工伪造为依据。</p>				

附录 G
(资料性附录)

陶器样品热释光测定年代记录表

陶器样品热释光测定年代记录表见表 G.1。

表 G.1 陶器样品热释光测定年代记录表

实验室编号	陶器样品名称		时代	测量日期	样品类型 (细颗粒或粗颗粒石英)	备注	
古剂量	标定剂量	源辐照剂量率/ (mGy/s)	β 源				
			α 源				
		样品辐照时间/s	β 源				
			α 源				
		标定剂量/ mGy	β 源				
			α 源				
	热释光测量	加热速率/(°C/s)					
		最高加热温度/°C					
		热释光曲线(保存在热释光测量仪微机中)					
	等效剂量 计算	热释光积分范围/°C					
		G_N					
		$G_{N+\beta}$					
		$G_{N+2\beta}$					
		Q_1 /mGy					
		Q_2 /mGy					
Q /mGy							
年剂量	总 α 计数率 \dot{a} /(计数·s ⁻¹)						
	K 含量/%		陶器样品含水率/%				
	D_α /(mGy/a)		含水率 修正后				
	D_β /(mGy/a)						
	$D_{\gamma+c} + c$ /(mGy/a)						
	年剂量 D /(mGy/a)						
年代	年代 A(距今)/年						

附 录 H
(资料性附录)

瓷器样品热释光测定年代记录表

瓷器样品热释光测定年代记录表见表 H.1。

表 H.1 瓷器样品热释光测定年代记录表

实验室编号	瓷器样品名称	时代	测量日期	样品类型	
				薄片直径和厚度/ mm	
				颗粒直径范围/ mm 和重量/mg	
热激活 特性曲线	β 源辐照剂量率/(mGy/s)				
	试验剂量/mGy				
	标定剂量/mGy				
	加热速率/(°C/s)	热激活			
		热释光测量			
	开始加热温度/°C				
	加热温度间隔/°C				
	灵敏度最高的激活温度/°C				
备注:热激活特性曲线保存在热释光测量仪微机中					
热释光 灵敏度 测量和 线性回归	ΔS ₁		S _N ↓		
	ΔS ₂		S _(N+p) ↓		
	ΔS ₃		S _(N+2p) ↓		
	斜率 b		截距 a		
	饱和灵敏度 S _∞		常数 B/mGy		
古剂量	古剂量 P'/mGy	备注:灵敏度曲线和线性回归数据保存在微机中			
	减去试验剂量后的古剂量 P/mGy				
年剂量	含水率 W _i %		备注		
	总 α 计数率 α ₀ /(计数·s ⁻¹)		K 含量/%		
	D _β /(mGy/a)		D _{γ+ε} /(mGy/a)		
	年剂量 D/(mGy/a)				
年代	年代 A(距今)/年				
备注	采用三对以上的灵敏度变量 ΔS _i 和熄灭灵敏度 S _i ↓ 作线性回归时,这个栏目填写不下,可将其扩大。				

附录 I
(资料性附录)
古陶瓷热释光测定年代报告

图 I.1 规定了古陶瓷热释光测定年代报告封面格式。

报告编号:

古陶瓷热释光测定年代报告

REPORT ON THERMOLUMINESCENCE (TL) DATING OF ANCIENT CERAMICS

送测方:
Organization of sending sample:
检测地点:
Test location:
检测样品:
Tested sample:
检测日期:
Test date:
检测机构: (章)
Organization of testing : (seal)

中华人民共和国国家文物局制

Made by State Administration of Cultural Heritage of The People's Republic of China

图 I.1 古陶瓷热释光测定年代报告封面格式

古陶瓷热释光测定年代报告样式见表 I.1。

表 I.1 古陶瓷热释光测定年代报告样式表

样品名称 Name of sample		陶瓷样品照片与取样部位照片	
实验室编号 Lab.No.			
预期时代 Estimated date			
委托人 Requested by			
热释光年代 TL age	年 ± 年(距今)	样品尺寸 Size	
测定日期 Date	年 月 日	取样部位 Sampling position	
测定单位(公章)			
测定人(签名)			
审核人(签名)			
<p>声明:</p> <p>(1) 本报告测定的热释光年代,只代表从器物中所取样品的烧制年代。</p> <p>(2) 如果器物烧成后又经过人工辐照或者高温退火,由此引起的混乱,本报告概不负责解释。</p> <p>(3) 本报告测定的热释光年代不承担任何法律责任。</p> <p>Notes:</p> <p>(1) The report refers to the age of the sample after last firing.</p> <p>(2) If the object had been irradiated by the radioactive source or annealed with a high temperature after firing, the TL age will not be the firing date of the sample (or the object).</p> <p>(3) This report is not to bear any legal liability.</p>			
备注 Special comments			

参 考 文 献

- [1] 王维达.古陶瓷热释光测定年代研究[M].上海:上海科学技术出版社,2010.
-

浙江文旅标技委