

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ООО «НТЦ Амплитуда»

С.А. Ермилов
«16» мая 2014 г.



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И.Ханов
«23» мая 2014 г.



ИСТОЧНИКИ ИОНИЗИРУЮЩЕГО ФОТОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ РАДИОНУКЛИДНЫЕ ЗАКРЫТЫЕ ОСГИ-А

Методика поверки

МП 2104-002-2014

Руководитель отдела
ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

С.Г. Трофимчук
«23» мая 2014 г.

2014

Настоящая методика распространяется на источники фотонного ионизирующего излучения радионуклидные закрытые ОСГИ-А (далее – источники ОСГИ-А) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок. Источники предназначены для воспроизведения величины активности гамма-излучающих радионуклидов (меры активности) и могут быть признаны годными к применению в качестве рабочих эталонов 1-го или 2-го разрядов в зависимости от погрешности определения активности радионуклидов в источнике в соответствии с ГОСТ 8.033-96

Первичная поверка источников ОСГИ-А проводится до ввода в эксплуатацию, периодическая – в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками для источников с назначенным сроком службы 3,4 и 5 лет составляет 1 год, для источников с назначенным сроком службы 12 лет – 2 года.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	81	Да	Да
Проверка уровня нефиксированного радиоактивного загрязнения	8.2	Да	Да
Измерение активности основного радионуклида в источнике	8.3	Да	Да
Определение погрешности измерения активности основного радионуклида	8.4	Да	Да
Оформление результатов поверки	9	Да	Да

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений и вспомогательные средства, представленные в таблице 2.

3.2 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3.3 Допускается применение других средств измерения, аналогичных или превосходящих по точности указанных в таблице 1.

3.4 Набор эталонных источников фотонного излучения поверочной лаборатории может быть ограничен по диапазону и типам источников в зависимости от перечня поверяемых источников.

Таблица 2

Наименование операций по- верки	№ пункта МП	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки
1	2	3
Проверка на отсутствие за- грязненности источников ра- диоактивными веществами (при периодической поверке)	8.2	Радиометр альфа-излучения – диапазон измерения от $0,1$ до 10^3 Бк/см 2 ; Радиометр бета-излучения – диапазон измерения от $0,1$ до 10^3 Бк/см 2 .
Измерение активности основ- ного радионуклида в источ- нике	8.3	Вторичный эталон единицы активности в виде комплекта эталонных источников гамма-излу- чения (ОСГИ) с радионуклидами в диапазоне активностей от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^6$ Бк, суммарное СКО $S_{\Sigma 0}=1 \div 1,7 \%$. Рабочие эталоны 1 разряда - эталонные ис- точники гамма-излучения (ОСГИ) с радионук- лидами в диапазоне активности радионуклидов от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^6$ Бк, относительная погрешность $\delta_0=3 \div 4 \%$. Рабочие эталоны 2 разряда - эталонные ис- точники гамма-излучения (ОСГИ) с радионук- лидами в диапазоне активности радионуклидов от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^6$ Бк, относительная погрешность $\delta_0=4 \div 6 \%$. Компаратор в виде спектрометра фотонного из- лучения с полупроводниковым детектором или спектрометра со сцинтилляционным детектором. Диапазон энергий фотонного излучения от 5 кэВ до 3 МэВ. Дистансерное устройство для установки ис- точника на детектор на расстоянии $25 \div 200$ мм.
Определение погрешности измерения активности основ- ного радионуклида	8.4	Вторичный эталон единицы активности в ви- де комплекта эталонных источников гамма- излу-чения (ОСГИ) с радионуклидами в диапа- зоне активностей от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^6$ Бк, суммар- ное СКО $S_{\Sigma 0}=1 \div 1,7 \%$. Рабочие эталоны 1 разряда - эталонные ис- точники гамма-излучения (ОСГИ) с радионук- лидами в диапазоне активности радионуклидов от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^6$ Бк, относительная погреш- ность $\delta_0=3 \div 4 \%$. Рабочие эталоны 2 разряда - эталонные ис- точники гамма-излучения (ОСГИ) с радионук- лидами в диапазоне активности радионуклидов от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^6$ Бк, относительная погреш- ность $\delta_0=4 \div 6 \%$. Компаратор в виде спектрометра фотонного из- лучения с полупроводниковым детектором или спектрометра со сцинтилляционным детектором. Диапазон энергий фотонного излучения от 5 кэВ до 3 МэВ.

Продолжение таблицы 2

1	2	3
<p>Контроль нормальных климатических условий:</p> <ul style="list-style-type: none"> - температуры; - относительной влажности; - атмосферного давления - внешний гамма-фон 	6	<p>Термометр</p> <ul style="list-style-type: none"> - диапазон измерения от 5 до 40 °C; - цена деления - 1 °C. <p>Психрометр</p> <ul style="list-style-type: none"> - диапазон измерения от 20 до 90 %. <p>Барометр</p> <ul style="list-style-type: none"> - диапазон измерения от 84 до 106,7 кПа. <p>Дозиметр</p> <p>гамма-излучения в диапазоне измерения мощности амбиентного эквивалента дозы 0,05-1000 мкЗв/ч.</p>

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений при поверке и (или) обработке результатов измерений допускаются лица, аттестованные в качестве государственных поверителей в установленном порядке на право поверки указанных средств измерений.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности следующих документов:

- СанПиН 2.6.1.2523-09 «Нормы радиационной безопасности НРБ-99/2009»;
- СП 2.6.1.2612-10 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010»;
- Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок ПОТ РМ-016-2001 (РД 153-34.0-03.150-00).

К работе должны привлекаться только сотрудники, имеющие допуск к работе с источниками ионизирующих излучений

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|-----------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | 20 ± 5 ; |
| - относительная влажность воздуха, % | 60 ± 15 ; |
| - атмосферное давление, кПа | $101,3 \pm 4$; |

Уровень фонового гамма-излучения контролируется дозиметром, фон не должен превышать 0,20 мкЗв/ч.

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

7.1 Перед проведением поверки убеждаются в наличии средств поверки и действующих свидетельств на них.

7.2 Подготавливают к работе приборы, используемые при поверке, в соответствии с технической документацией на них.

8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- наличие паспорта на источник;
- соответствие номера и маркировки на источнике данным паспорта;
- наличие свидетельств о предыдущей поверке на поверяемые источники (при проведении *периодической поверки*);
- отсутствие загрязнений, механических повреждений, прогиба герметизирующей пленки, радиационных повреждений герметизирующей пленки, внешне выражющихся в изменении цвета пленки.

8.2 Проверка на отсутствие загрязненности источников радиоактивными веществами.

8.2.1 При проверке на отсутствие загрязненности подложку источника, кроме его активной поверхности, протирают ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом. Отсутствие радиоактивных загрязнений на тампоне проверяют с помощью альфа- и бета- радиометров (см. таблицу 2).

8.2.2 Источники с обнаруженым нефиксированным загрязнением радиоактивными веществами выше 20 Бк дальнейшей поверке не подлежат.

8.3 Измерение активности основного радионуклида в источнике

8.3.1 Измерение активности основного радионуклида в источнике проводят относительным методом с помощью компаратора путем сравнения скоростей счета импульсов от поверяемого и эталонного источников в идентичных геометрических условиях (расстояние от активной части поверяемого и эталонного источников до детектора компаратора должно быть одинаково).

8.3.2 При поверке источника ОСГИ-А, предназначенного для использования в качестве рабочего эталона 1-го разряда, используют вторичный эталон единицы активности - радионуклидный источник фотонного излучения ОСГИ с тем же радионуклидом, что и поверяемый. При поверке источника ОСГИ-А, предназначенного для использования в качестве рабочего эталона 2-го разряда или рабочего средства измерения, используют радионуклидный источник фотонного излучения ОСГИ, аттестованный в качестве рабочего эталона 1-го раз-

ряда или 2-го разряда соответственно.

Примечание: при отсутствии эталона требуемого разряда допускается использовать эталоны более высокого ранга.

8.3.3 Измерение активности основного радионуклида в источнике проводят следующим образом:

8.3.3.1 Из набора эталонных источников подбирают источник с тем же радионуклидом, что и поверяемый, имеющий значение активности радионуклида, отличающееся не более, чем в три раза.

8.3.3.2 Производят настройку спектрометра таким образом, чтобы в «окне» амплитудно-цифрового преобразователя регистрировались все пики полного поглощения фотонного излучения данного радионуклида.

8.3.3.3 Выбирают расстояние от источника до детектора таким образом, чтобы загрузка спектрометра была не более 3000 имп./с:

- измеряют загрузку спектрометра при расположении поверяемого источника (n_{3u}) и эталона (n_{3o}) в дистансерном устройстве на расстоянии 25 мм от верхнего края детектора;
- выбирают расстояние до детектора из условия

$$H \geq 25 \cdot \sqrt{\frac{\max(n_{3u}, n_{3o})}{3000}}, \text{ мм.} \quad (1)$$

8.3.3.4 Производят пробное измерение скорости счета импульсов фона n_ϕ в интервале (интервалах) энергий, соответствующем пику (пикам) полного поглощения гамма-квантов поверяемого источника спектрометра с полупроводниковым детектором или сцинтиляционным детектором с временем измерения от 10^2 до 10^3 с.

8.3.3.5 Устанавливают эталонный источник в положение для измерения (маркировкой от детектора) и производят пробное измерение скорости счета импульсов n_o в пике (пиках) полного поглощения со временем измерения от 10 до 100 с. Затем в положение для измерения вместо источника – вторичного (или рабочего) эталона аналогично устанавливают поверяемый источник и производят пробное измерение скорости счета импульсов n_u в соответствующих пиках полного поглощения.

8.3.3.6 Выбирают время измерения T_u , удовлетворяющее условию:

$$T_u \geq \max\left(\frac{1 \cdot 10^5}{n_o - n_\phi}, \frac{1 \cdot 10^5}{n_u - n_\phi}\right). \quad (2)$$

8.3.3.7 С выбранным временем измерения производят измерение скоростей счета импульсов в соответствующих пиках полного поглощения (в соответствующих интервалах энергий для фона) для фона $n_{\phi i}$, эталонного n_{oi} и поверяемого источника n_{ui} m раз, но не менее трех.

8.3.3.8 Вычисляют отношение скоростей счёта импульсов от поверяемого и эталонного источников R_i с поправкой на фон по формуле:

$$R_i = \frac{(n_{ui} - n_{\phi i})}{(n_{oi} - n_{\phi i})}, \quad (3)$$

и получают ряд значений R_1, R_2, \dots, R_m .

8.3.3.9 Среднее арифметическое значение отношений \bar{R} рассчитывают формуле:

$$\bar{R} = \frac{1}{m} \cdot \sum_{i=1}^m R_i, \quad (4)$$

8.3.3.10 Активность радионуклида в поверяемом источнике A_u рассчитывают по формуле:

$$A_u = A_0 \cdot \bar{R}, \quad (5)$$

8.4 Определение погрешности измерения активности основного радионуклида.

Определение погрешности измерения активности основного радионуклида выполняют в следующем порядке:

8.4.1 Рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) среднего арифметического значения отношения скоростей счёта импульсов $S_R (\%)$ по формуле:

$$S_{\bar{R}} = \frac{1}{\bar{R}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (R_i - \bar{R})^2}{m \cdot (m-1)}} \cdot 100, \quad (6)$$

8.4.2 Определяют доверительные границы относительной погрешности (для $P=0,95$) результата измерения активности радионуклида поверяемого источника (без учета знака) определяют по формуле:

$$\delta_n = K \cdot S_{\Sigma 1}, \quad (7)$$

где $S_{\Sigma 1}$ - оценка суммарного СКО результата измерений в относительной форме, вычисляемая по формуле:

$$S_{\Sigma 1} = \sqrt{S_{\bar{R}}^2 + S_{\theta}^2}, \quad (8)$$

где $S_{\theta} = \frac{\theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}} = \frac{\theta_0}{\sqrt{3}}$;

θ_{Σ} – граница неисключенной систематической погрешности, %;

θ_0 – погрешность воспроизведения активности эталонного источника при доверительной вероятности 0,95 (из свидетельства на него); для вторичного эталона вместо $\frac{\theta_0}{\sqrt{3}}$

подставляют $S_{\Sigma 0}$ (где $S_{\Sigma 0}$ - суммарное СКО, из свидетельства на вторичный эталон), %.

Примечание: Погрешностью из-за нестабильности компаратора (при многократной смене источников) и погрешностью, связанной с учетом мертвого времени компаратора, пренебрегают.

K - коэффициент для доверительной вероятности 0,95 вычисляют по формуле:

$$K = \frac{t \cdot S_{\bar{R}} + \theta_{\Sigma}}{S_{\bar{R}} + S_{\theta}}, \quad (9)$$

где t - коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности 0,95 (см. Приложение А);

8.4.3 Доверительные границы относительной погрешности результата измерения активности основного радионуклида в поверяемом источнике для вероятности 0,95 не должны превышать $\pm 10\%$. При поверке источников, предназначенных для использования в качестве рабочих эталонов 1-го или 2-го разрядов, доверительные границы относительной погрешности результата измерения активности основного радионуклида не должны превышать соответственно ± 4 и $\pm 6\%$.

9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

9.1 При проведении поверки необходимо вести «Протокол поверки» по форме, приведенной в приложении Б.

9.2 При положительных результатах поверки на источник (или комплект источников) выдается свидетельство установленной формы.

9.3 При отрицательных результатах составляется извещение о непригодности к применению установленной формы с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

ТАБЛИЦА КОЭФФИЦИЕНТОВ СТЮДЕНТА

Коэффициент Стьюдента t для доверительной вероятности $P = 0,95$.

Число измерений, <i>m</i>	3	4	5	6	7	8	9	10
Коэффициент Стьюдента	4,3	3,2	2,8	2,6	2,5	2,4	2,3	2,3
Число измерений, <i>m</i>	11	12	13	14	15	20	25	30
Коэффициент Стьюдента	2,	2,2	2,2	2,2	2,1	2,1	2,1	2,0

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1 Поверяемое средство измерений: источник фотонного ионизирующего излучения радионуклидный закрытый ОСГИ-А с радионуклидом № _____, выпущенный _____, принадлежащий _____

2 Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____ °C;

Атмосферное давление _____ кПа;

Относительная влажность _____ %;

Внешний фон гамма-излучения _____ мкЗв/ч.

3 Средства измерений и вспомогательное оборудование:

Спектрометр фотонного излучения - компаратор

свидетельство о поверке № _____, действительно до _____ г.

Источник ОСГИ - вторичный эталона или рабочий эталон 1 разряда

Активность A_0 : _____ на _____

свидетельство о поверке № _____, действительно до _____ г.

- Психрометр _____ зав. № _____.

- Барометр _____ зав. № _____

- Дозиметр гамма – излучения _____ зав. № _____

- Радиометр альфа-излучения _____ зав. № _____

- Радиометр бета-излучения _____ зав. № _____

4 Результаты поверки

4.1 Результаты внешнего смотра _____

4.2 Результаты проверки уровня нефиксированного радиоактивного загрязнения

После протирки	Фоновые показания прибора, $\text{мин}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$	Показания прибора от тампона, $\phi, \text{мин}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$	Предельное значение
Верхней поверхности источника			
Оборотной стороны источника			

4.3 Результаты измерения активности основного радионуклида в источнике

Время измерения $T_u, \text{с}$	Скорость счета импульсов фона $n_\phi, \text{имп/с}$	Скорость счета импульсов эталонного источника $n_0, \text{имп/с}$	Скорость счета импульсов проверяемого источника $n_u, \text{имп/с}$	R_i	\bar{R}	$A_u, \text{Бк}$	$\delta_{n, \%}$

Заключение: характеристики поверенных источников соответствуют требованиям к эталону _____ разряда (рабочему СИ) в соответствии с ГОСТ 8.033-96 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников».

Поверитель _____

личная подпись

расшифровка подписи

Дата _____