

УТВЕРЖДАЮ

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

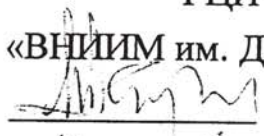

Н.И. Ханов
18 декабря 2009 г.

**ИСТОЧНИКИ РАДИОНУКЛИДНЫЕ ЗАКРЫТЫЕ
ФОТОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ЭТАЛОННЫЕ
ОСГИ-Р**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2104-0001-2009

Руководитель отдела

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

И.А. Харитонов
« 18 » декабря 2009 г.

г. Санкт-Петербург
2009 г.

1 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные ОСГИ-Р (далее – источники ОСГИ-Р), являющиеся рабочими эталонами активности 1-го и 2-го разрядов и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Первичной поверке подлежат источники, выпускаемые из производства.

Периодической поверке подлежат источники, находящиеся в эксплуатации, у которых не истек срок службы.

1.3 Поверка источников должна проводиться органами метрологической службы Ростехрегулирования России или метрологическими службами юридических лиц, аккредитованными в установленном порядке на право поверки данного типа средств измерений.

Межповерочный интервал определен сроком годности, приведенным в паспорте источник.

Межповерочный интервал для источников с назначенным сроком службы до 5 лет составляет 1 год, для всех остальных источников-2 года.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 2

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8.1.	да	да
Опробование	8.2	да	да
Проверка на отсутствие загрязненности источников радиоактивными веществами	8.2.1	да	да
Измерение активности основного радионуклида в источнике	8.4	да	да
Определение погрешности измерения активности	8.5	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 1.

3.2 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3.3 Допускают применение других измерительных приборов, аналогичных по точности, указанным в таблице 2.

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 поверки	№ пункта методики поверки	Наименование эталонного (образцового) средства измерений или вспомогательного средства поверки
Проверка на отсутствие загрязненности источников радиоактивными 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 основного радионуклида в источнике	8.4	Вторичный эталон единицы активности по ГОСТ 8.033-96 в виде комплекта эталонных источников фотонного излучения (ОСГИ-Р) с радионуклидами натрий-22, титан-44, марганец-54, железо-55, кобальт-57, кобальт-60, цинк-65, иттрий-88, кадмий-109, олово-113, цезий-137, барий-133, цезий-134, церий-139, европий-152, гадолиний-153, висмут-207, торий-228, америций-241, америций-243 в диапазоне активностей от $5 \cdot 10^3$ до $5 \cdot 10^6$ Бк, суммарная СКО $S_{\Sigma 0} = 1 \div 1,7\%$. Рабочий эталон 1 разряда по ГОСТ 8.033-96 - комплект эталонных источников фотонного излучения (ОСГИ-Р) с радионуклидами натрий-22, титан-44, марганец-54, железо-55, кобальт-57, кобальт-60, цинк-65, иттрий-88, кадмий-109, олово-113, цезий-137, барий-133, цезий-134, церий-139, европий-152, гадолиний-153, висмут-207, торий-228, америций-241, америций-243 в диапазоне активностей от $5 \cdot 10^3$ до $5 \cdot 10^5$ Бк, относительная погрешность $\delta_0 = 3\%$. Компаратор в виде спектрометра фотонного излучения с полупроводниковым детектором или спектрометра со сцинтилляционным детектором

Продолжение таблицы 2

Наименование операций поверки	№ пункта методики поверки	Наименование эталонного (образцового) средства измерений или вспомогательного средства поверки
Измерение активности основного радионуклида в источнике		Диапазон энергий фотонного излучения от 5 кэВ до 3 МэВ, погрешность передачи компаратора- не более 1,5 % для 1-го разряда и 2 % для 2-го разряда. Дистансерное устройство для установки источника на детектор на расстоянии 25÷200 мм.
Контроль климатических условий: - температуры; - относительной влажности; - атмосферного давления - внешнего гамма-фона	6	Термометр - диапазон измерения от 5 до 40 °С; - цена деления - 1 °С. Психрометр - диапазон измерения от 20 до 90 %. Барометр - диапазон измерения от 84 до 106.7 кПа. Дозиметр гамма-излучения в диапазоне измерения мощности амбиентной дозы 0,01-1000 мкЗв/ч.

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

Все работы по поверке источника проводить в соответствии с требованиями «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99» и «Норм радиационной безопасности НРБ-99», а также требованиями безопасности, действующими в организации, проводящей поверку.

6 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Поверку необходимо проводить в нормальных условиях:

- температура окружающего воздуха, °С	20 (±5);
- относительная влажность воздуха, %	60 (+20, -30);
- атмосферное давление, кПа	101.3 (+2.7, -5.3);
- мощность дозы гамма-излучения на рабочем месте, не более, мкЗв/ч	0,25

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

7.1 Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

- убедиться в наличии средств поверки и действующих свидетельств на них, а также свидетельств о предыдущей поверке наверяемые источники (при проведении периодической поверки).

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

- включают и прогревают спектрометр в течение 30 мин,
- проверяют работу спектрометрического тракта,
- устанавливают дистансерное устройство на расстоянии 25 мм от верхнего края сцинтилляционного детектора.

8 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- наличие паспорта на источник (или комплект источников);
- соответствие номера и маркировки на источнике данным паспорта;
- отсутствие загрязнений, механических повреждений, прогиба герметизирующей пленки, радиационных повреждений герметизирующей пленки, внешне выражающихся в изменении цвета пленки из желтого в темно-коричневый. Источники с обнаруженными повреждениями дальнейшей поверке не подлежат.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверка на отсутствие загрязненности источников радиоактивными веществами.

8.2.1.1 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. табл. 2).

8.2.1.2 Источники с обнаруженным нефиксированным загрязнением радиоактивными веществами дальнейшей поверке не подлежат.

8.3 При проведении периодической поверки предварительно оценивают относительную долю активности (a_{np}) гамма-излучающих примесных радионуклидов по формулам:

$$a_{np} = a_{np0} \cdot e^{\frac{\ln(2) \cdot t}{T_{1/2}^{осн}}} - \text{для суммы нуклидов неизвестного состава,} \quad (1)$$

$$a_{np} = a_{np0} \cdot e^{\ln(2) \cdot t \cdot \left(\frac{1}{T_{1/2}^{осн}} - \frac{1}{T_{1/2}^{пр}} \right)} - \text{для конкретного примесного нуклида,} \quad (2)$$

где $a_{пр0}$ – относительная доля активности гамма-излучающих примесных радионуклидов на момент изготовления источника (данные паспорта источника), %;

t – промежуток времени от момента изготовления источника до даты поверки, лет;

$T_{1/2}^{осн}$, $T_{1/2}^{пр}$ – период полураспада основного и примесного нуклидов, соответственно, лет.

Источники, в которых относительная доля активности ($a_{пр}$) гамма-излучающих примесных радионуклидов на момент поверки превышает 1 %, дальнейшей поверке не подлежат.

8.4 Измерение активности основного радионуклида в источнике

8.4.1 Измерение активности основного радионуклида в источнике проводят относительным методом с помощью компаратора в идентичных геометрических условиях путем сравнения скоростей счета импульсов от поверяемого и эталонного источников.

8.4.2 При поверке источников ОСГИ-Р 1-го разряда используют вторичный эталон единиц активности - набор радионуклидных источников фотонного излучения ОСГИ-Р, при поверке источников ОСГИ-Р 2-го разряда – набор радионуклидных источников фотонного излучения ОСГИ-Р, аттестованный в качестве мер активности 1-го разряда.

8.4.3 Измерение активности основного радионуклида в источнике проводят следующим образом:

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

8.4.3.2 При работе со сцинтилляционным детектором, используя многоканальный анализатор амплитуд импульсов, устанавливают уровни дискриминации дифференциального дискриминатора таким образом, чтобы в «окне» дискриминатора регистрировался пик полного поглощения фотонного излучения радионуклида в поверяемом источнике.

8.4.3.3 Выбирают положение для измерения (расстояние до детектора) таким образом, чтобы загрузка спектрометра была не более 1000 имп./с:

–измеряют загрузку спектрометра при расположении поверяемого источника ($n_{зи}$) и эталона ($n_{зо}$) в дистансерном устройстве на расстоянии 25 мм от верхнего края детектора;

–выбирают положение для измерения (расстояние до детектора), H из условия

$$H \geq 25 \cdot \sqrt{\frac{\max(n_{3u}, n_{3o})}{1000}}, \text{ мм.} \quad (3)$$

8.4.3.4 Производят измерение скорости счета импульсов фона $n_{\phi l}$ в интервале (интервалах) энергий, соответствующем пику (пикам) полного поглощения гамма-квантов поверяемого источника спектрометра с полупроводниковым детектором или в «окне» дифференциального дискриминатора спектрометра со сцинтилляционным детектором с временем измерения от 10^2 до 10^3 с.

8.4.3.5 Устанавливают эталонный источник в положение для измерения (маркировкой на источник) и производят измерение скорости счета импульсов n_o в пике (пиках) полного поглощения или в «окне» дифференциального дискриминатора с временем измерения от 10 до 100 с. Затем в положение для измерения вместо источника – вторичного (или рабочего) эталона устанавливают поверяемый источник и производят измерение скорости счета импульсов n_u в соответствующих пиках полного поглощения или в «окне» дифференциального дискриминатора.

8.4.3.6 Выбирают время измерения T_u , удовлетворяющее условию:

$$T_u \geq \max\left(\frac{1 \cdot 10^4}{n_o - n_{\phi l}}, \frac{1 \cdot 10^4}{n_u - n_{\phi l}}\right). \quad (4)$$

8.4.3.7 С выбранным временем измерения производят измерение скоростей счета импульсов в соответствующих пиках полного поглощения (в соответствующих интервалах энергий для фона) или в «окне» дифференциального дискриминатора в следующей последовательности:

- 1) фон ($n_{\phi li}$);
- 2) эталонный источник (n_{oli});
- 3) эталонный источник перевернутый (n_{o2i});
- 4) поверяемый источник (n_{uli});
- 5) поверяемый источник перевернутый (n_{u2i});
- 6) фон ($n_{\phi 2i}$).

8.4.3.8 Рассчитывают средние значения скоростей счета импульсов фона $n_{\phi i}$ и скоростей счета импульсов от эталонного источника n_{oi} и поверяемого источника n_{ui} по формулам:

$$n_{\phi i} = \frac{1}{2} \cdot (n_{\phi li} + n_{\phi 2i}); \quad (5)$$

$$n_{oi} = \frac{1}{2} \cdot (n_{oli} + n_{o2i}); \quad (6)$$

$$n_{ui} = \frac{1}{2} \cdot (n_{u1i} + n_{u2i}). \quad (7)$$

8.4.3.9 Повторяют операции по пп. 8.4.3.7, 8.4.3.8 m раз, но не менее пяти, получая ряд значений скоростей счёта импульсов $n_{o1}, n_{u1}, n_{\phi1}, \dots, n_{om}, n_{um}, n_{\phi m}, \dots, n_{om}, n_{um}, n_{\phi m}$.

8.4.3.10 Для каждой i -и серии измерений вычисляют отношение скоростей счёта импульсов от поверяемого и эталонного источников R_i с поправками на фон и разрешающее (мёртвое) время (см. прил. А) по формуле:

$$R_i = \frac{(n_{ui} - n_{\phi i}) \cdot (1 - n_{oi} \cdot \tau)}{(n_{oi} - n_{\phi i}) \cdot (1 - n_{ui} \cdot \tau)}, \quad (8)$$

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

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

$$\bar{R} = \frac{1}{m} \cdot \sum_{i=1}^m R_i, \quad (9)$$

8.4.3.12 Активность радионуклида в поверяемом источнике A_u рассчитывают по формуле:

$$A_u = A_0 \cdot \bar{R}, \quad (10)$$

где A_0 - активность радионуклида эталонного источника на установленную дату.

Примечание. Рекомендуется приводить результаты измерений на начало полугодия или квартала, или месяца.

8.5 Определение погрешности

Определение погрешности измерения активности основного радионуклида выполняют в следующем порядке:

8.5.1 Рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) среднего арифметического значения отношений скоростей счёта импульсов S_R (%) по формуле:

$$S_{\bar{R}} = \frac{1}{\bar{R}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (R_i - \bar{R})^2}{m \cdot (m-1)}} \cdot 100, \quad (11)$$

8.5.2 Относительную погрешность активности радионуклида поверяемого источника определяют по формуле:

$$\delta_n = K \cdot S_{\Sigma 1}, \quad (12)$$

где δ_n - погрешность активности поверяемого источника при доверительной вероятности $P = 0,95, \%$

$S_{\Sigma 1}$ - оценка суммарного СКО результата измерений в относительной форме,

вычисляемая по формуле:

$$S_{\Sigma 1} = \sqrt{S_{\bar{R}}^2 + \frac{1}{3}\theta_0^2 + \frac{1}{3}\theta_r^2}, \quad (13)$$

где $\theta_0 = \delta_0$ - погрешность активности эталонного источника при доверительной вероятности 0,95, (из свидетельства на него); для вторичного эталона вместо $\frac{\theta_0^2}{3}$ подставляют $S_{\Sigma 0}^2$ (где $S_{\Sigma 0}$ - суммарное СКО, из свидетельства на вторичный эталон), %;

θ_r - неисключенная систематическая погрешность из-за неточности определения разрешающего (мёртвого) времени компаратора, %

$$\theta_r = |n_0 - n_u| \cdot \tau \delta_r, \quad (14)$$

где δ_r - погрешность определения разрешающего (мертвого) времени компаратора, %;

Погрешностью из-за нестабильности компаратора при многократной смене источников пренебрегают.

K - коэффициент для доверительной вероятности 0.95 вычисляют в соответствии с ГОСТ 8.207-76 по формуле:

$$K = \frac{q_k \cdot S_{\bar{R}} + 1.1 \cdot \theta}{S_{\bar{R}} + \sqrt{\frac{1}{3}\theta^2}}, \quad (15)$$

где q_k - коэффициент Стьюдента для уровня доверительной вероятности 0.95 (см. Приложение Б);

$$\theta = \sqrt{\theta_0^2 + \theta_r^2}. \quad (16)$$

8.5.3 Доверительные границы суммарной погрешности результата измерения активности основного радионуклида в поверяемом источнике для вероятности 0.95 не должны превышать ± 4 % для источников - рабочих эталонов 1-го разряда и ± 6 % для источников - рабочих эталонов 2-го разряда.

9 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

9.1 При положительных результатах поверки на комплект источников (или источник) выписывается свидетельство установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94.

9.2 При отрицательных результатах составляется извещение о непригодности к применению с указанием причин непригодности в соответствии с ПР 50.2.006-94.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗРЕШАЮЩЕГО (МЕРТВОГО) ВРЕМЕНИ
КОМПАРАТОРА

А. 1 Методика распространяется на компараторы, в которых используется измерение скорости счёта импульсов от источника.

А.2 Данная методика является основным методом определения разрешающего (мёртвого) времени компаратора. Радиотехнические способы определения разрешающего времени допускают применять только в случае совпадения результатов измерений двумя способами.

А.3 Определение разрешающего (мёртвого) времени выполняют в следующем порядке.

А.3.1 Опытным путём подбирают два источника излучения для одновременного их размещения в компараторной установке, каждый из которых создаёт скорость счёта импульсов n , примерно равную

$$n_1 \approx n_2 = 0,04/\tau,$$

где τ - ожидаемое мертвое время, с;

n_1, n_2 - скорости счёта импульсов от источников.

При подборе источников могут использоваться разные расстояния между источниками и детектором, поглотители, закрывающие часть активной поверхности источников, комбинации из нескольких источников.

А.3.2 Устанавливают первый источник на место в установку, вместо второго источника устанавливают подложку (без радиоактивного вещества). Измеряют скорость счёта импульсов от первого источника – n_1 . Общее количество импульсов, зарегистрированное при измерении, должно быть не менее 10^7 .

А.3.3 Не изменяя положения первого источника, на место чистой подложки (без радиоактивного вещества) устанавливают второй источник и измеряют скорость счёта импульсов от двух источников вместе – n_{12} .

А.3.4 Не изменяя положения второго источника, удаляют первый источник и на его место устанавливают чистую подложку. Измеряют скорость счёта импульсов от второго источника - n_2 .

А.4 Разрешающее (мёртвое) время τ вычисляют по формуле:

$$\tau = \frac{1}{n_{12}} \cdot \left[1 - \sqrt{\frac{(n_{12} - n_1) \cdot (n_{12} - n_2)}{n_1 \cdot n_2}} \right]$$

где τ - разрешающее (мёртвое) время, с;

n_1, n_2, n_{12} — скорости счёта импульсов, имп.с⁻¹.

А.5 Определение разрешающего (мертвого) времени проводят независимо 3-5 раз. Погрешность оценивают по максимальным отклонениям от среднего значения разрешающего (мёртвого) времени. Результаты считают удовлетворительными при погрешности не более 20 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(справочное)

ТАБЛИЦА КОЭФФИЦИЕНТОВ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ СТЬЮДЕНТА

Коэффициент q_k распределения Стьюдента при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Число измерений, m	3	4	5	6	7	8	9	10	
Коэффициент Стьюдента	4,3	3,2	2,8	2,6	2,5	2,4	2,3	2,2	
Число измерений, m	11	12	13	14	15	20	25	30	60
Коэффициент Стьюдента	2,	2,2	2,2	2,2	2,1	2,1	2,1	2,0	2,0