ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ
Зам. директора ФГУП «УНИИМ»
_____ В.В. Казанцев
"10" июня 2011 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

КОНЦЕНТРАТОМЕРЫ БОРА НАР-12М

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 104-243-2010

Екатеринбург
2011 г

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательским институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)

2 УТВЕРЖДЕНА И ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ ФГУП «УНИИМ» март 2011 г.

3 ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ФГУП «УНИИМ» под № 104-243-2010 г.

Содержание

1 Область применения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Операции поверки	5
4 Средства поверки	5
5 Требования безопасности	6
6 Условия поверки подготовка к ней	6
7 Проведение поверки	6
8 Оформление результатов поверки	11
Приложение А Методика приготовления и аттестации водных растворов ГСО 8544-2004 и водных растворов борной кислоты для поверки и градуировки концентратомеров бора НАР-12М (НАР-12М)	12
Приложение Б Форма протокола поверки	20
Библиография	22

Государственная система обеспечения единства измерений **КОНЦЕНТРАТОМЕРЫ БОРА НАР-12М** **МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**	МП 104-243–2010

1 Область применения

Настоящий документ распространяется на концентратомеры бора НАР-12М (далее концентратомеры) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Концентратомеры бора НАР-12М предназначены для непрерывного автоматического измерения массовой доли изотопа бор-10 в теплоносителе АЭС с реакторами типа ВВЭР.

Рекомендуемый интервал между поверками – два года.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы (далее НД):

ГОСТ 8.207-76 ГСИ. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения.

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования.

ГОСТ 12.3.019 – 80 ССБТ. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 112-78 Термометры метеорологические стеклянные. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 23706-93 (МЭК 51-6-84) Приборы аналоговые показывающие электроизмерительные прямого действия и вспомогательные части к ним. Часть 6. Особые требования к омметрам (приборам для измерения полного сопротивления) и приборам для измерения активной проводимости.

ПР 50.2.006-94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений.

РМГ 51-2002 ГСИ. Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения.

3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операций	Номер пункта МП	Обязательность проведения операции при поверке	
		первичной	периодической
1	2	3	4
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Проверка электрического сопротивления изоляции	7.2	Да	Да
Проверка соответствия концентратомера требованиям системы стандартов безопасности труда (ССБТ): определение мощности эквивалентной дозы излучения	7.3	Да	Нет
Опробование	7.4	Да	Да
Определение основной абсолютной погрешности	7.5	Да	Да

3.2 Если при проведении той или иной операции получен отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают, а концентратомер бракуют.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта МП	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки, обозначение НД, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
1	2
6.1	Психрометр аспирационный типа МВ-4М с пределами измерений от 27 % до 85 % по ТУ 25-1607-054. Термометр с пределами измерений от 0 °С до 50 °С по ГОСТ 112. Барометр типа М 67 с пределами измерений от 610 до 790 мм.рт.ст. по ТУ 2504-1797-75.
7.2	Мегаомметр напряжением до 500 В типа М1102/1 по ГОСТ 23706
7.3	Дозиметр типа ДРГЗ-0,2, по ГОСТ 27451, ГОСТ 28271 с диапазоном измерений нейтронного излучения от 0 до 1·105 мкЗв·ч$^{-1}$, с относит. погрешностью ± (25-45) %. Линейка с диапазоном измерений (0-1000) мм, с ценой деления 1 мм.
7.5	ГСО состава кислоты борной, обогащенной изотопом бор-10 (ГСО 8544-2004) с массовой (атомной) долей изотопа бор-10: 96,60 % с абсолютной погрешностью аттестованного значения 0,06 %; массовой доли основного вещества в борной кислоте: 99,95 % с абсолютной погрешностью аттестованного значения 0,05 %.

4.1 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

4.2 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности по ГОСТ 12.3.019 и требования, изложенные в руководстве по эксплуатации еИ2. 840.025 РЭ, еИ1.560.091 РЭ.

5.2 При работе с концентратомером должны соблюдаться требования СанПин 2.6.1.2523 "Нормы радиационной безопасности" (НРБ-99/2009), СП 2.6.1.799 "Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности" (ОСПОРБ-99/2010) и инструкции еИ2.809.206 ИЗ.

5.3 В месте расположения концентратомера присутствие людей, не принимающих участие в работе, на расстоянии ближе 3 м запрещается.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия по ГОСТ 8.395:

-температура окружающего воздуха, °С	(20±5);
-атмосферное давление, кПа	84 – 106;
-относительная влажность окружающего воздуха, %	30 – 80

6.2 Перед проведением поверки подготавливают к работе концентратомер бора НАР-12М и концентратомер бора ОКБ-10 в соответствии с их эксплуатационной документацией.

6.3 Подготавливают водные растворы на основе ГСО 8544-2004 и водные растворы борной кислоты в соответствии с приложением А к МП 104-243-2010 «ГСИ. Концентратомеры бора НАР-12М. Методика поверки».

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

Проверка внешнего вида проводится визуально.

Проверку комплектности проводят сличением с данными эксплуатационной документации.

При внешнем осмотре концентратомера устанавливают:

-соответствие комплектности требованиям эксплуатационной документации на концентратомер;

- четкость маркировки и наличие всех предусмотренных надписей на наружных панелях;

-отсутствие видимых внешних повреждений, отрицательно влияющих на работоспособность;

- исправность кнопок управления, крепление органов управления, состояние покрытий, крепление деталей и узлов.

При установлении дефектов, препятствующих нормальному использованию, концентратомер бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

7.2 Проверка электрического сопротивления изоляции

Проверку электрического сопротивления изоляции проводят с применением мегаомметра типа М1102/1, указанного в таблице 2, подключенного между контактом заземления и накоротко замкнутыми концами сетевых проводников. Концентратомер должен находиться в выключенном положении.

Концентратомер считают выдержавшим поверку, если электрическое сопротивление изоляции – не менее 40 МОм.

7.3 Проверка соответствия концентратомера требованиям системы стандартов безопасности труда (ССБТ): определение мощности эквивалентной дозы излучения

Проверку мощности эквивалентной дозы излучения проводить в следующей последовательности:

а) поместить в канал блока измерения источник нейтронов типа ИБН-7 в соответствии с инструкцией еИ1.560.060 ИЗ;

б) измерить значения мощности эквивалентной дозы излучения с помощью дозиметров на поверхности блока измерения и на расстоянии 1 м от него;

в) найти суммарную мощность эквивалентной дозы излучения $P_{экв.}$

$$P_{экв.} = (P_n + P_\gamma) * 10^{-6}, \quad (1)$$

где P_n, P_γ - мощности эквивалентной дозы от нейтронного и гамма-излучения, мбэр/с.

Мощность эквивалентной дозы излучения на наружной поверхности защитного блока не должна превышать $1{,}0 \cdot 10^{-4}$ Зв/ч, а на расстоянии 1м – $1{,}0 \cdot 10^{-5}$ Зв/ч.

7.4 Опробование

-заземлить источник постоянного тока и блок детектирования нейтронов БДИН-3М (в дальнейшем блок БДИН-3М).

-поднять с помощью регулировочных болтов подставки сторону блока, где устанавливаются измерительные ячейки, не менее чем на 5 см по отношению к горизонтальному положению.

-поместить источник нейтронов типа ИБН-7 в канал блока измерения в соответствии с инструкцией еИ2.809.206 ИЗ-Р

-заполнить контрольную измерительную ячейку с маркировкой К образцом раствора с массовой долей изотопа бор-10 0,350 г/кг; плотно закрыть её пробками с помощью газового ключа и поместить её в блок измерения.

.-установить скорость счёта импульсов на табло MEASUREMENT равной (4200±15) имп/с и на табло TEST равной (2100±10) имп/с (среднее арифметическое значение из 9 наблюдений с экспозицией по 100 с каждое наблюдение), изменяя уровень дискриминации блока БДИН-3М согласно методике, приведённой в еИ2.840.025 РЭ-Р и вычислять средние арифметические значения скорости счёта импульсов. При необходимости следует выполнить регулировку уровня дискриминации, установив значение скорости счёта импульсов согласно требованиям эксплуатационной документации.

7.5 Определение основной абсолютной погрешности

7.5.1 Определение основной абсолютной погрешности концентратомера проводят с применением приготовленных водных растворов на основе ГСО 8544-2004 (далее растворы ГСО) состава кислоты борной, обогащенной изотопом бор-10, и технологических растворов (водных растворов борной кислоты), приготовленных в соответствии с приложением А МП. Значения массовой доли изотопа бор-10 в водных растворах на основе ГСО 8544-2004 и технологических растворах должны соответствовать началу, середине и концу диапазона измерений для конкретной модификации концентратомеров:

диапазон от 0 до 0,8 г/кг – для модификации НАР-12М-ИК;

диапазон от 0 до 1,6 г/кг – для модификации НАР-12М-П, НАР-12М-Тр, НАР-12М-Э-Тр.

В качестве компаратора значений массовых долей растворов используют концентратомер бора ОКБ -10.

7.5.2 Определение основной абсолютной погрешности необходимо проводить в следующей последовательности:

а) зарядить блок измерения ОКБ-10 источником нейтронов в соответствии с РЭ, заполнить измерительную ячейку концентратомера ОКБ-10 водным раствором на основе ГСО.

Измерения провести не менее 5 раз для концентраций, соответствующих началу, концу и середине диапазона измерений концентратомера НАР-12М. Слить раствор из измерительной ячейки концентратомера ОКБ-10, продуть измерительную ячейку сжатым воздухом в течение 2 мин.

Определить систематическую погрешность ОКБ-10 для каждого *i*-го раствора на основе ГСО по формуле

$$\Delta_{c\,i} = \left| \mu_{ОКБ-10i} - \mu_{pi} \right|, \qquad (2)$$

где $\mu_{ОКБ-10i}$ – среднее арифметическое показаний концентратомера ОКБ-10 для *i*-го раствора на основе ГСО (i=1,2,3), г/кг;

μ_{pi} –значение массовой доли изотопа бор-10 в *i*-том растворе на основе ГСО, г/кг.

б) установить датчик концентратомера НАР-12М на стенде в соответствии с п. 3.2.4 РЭ; сторону стенда, где расположен верхний штуцер, поднять на 3–5 см; собрать схему испытаний согласно Рисунку 3.2 РЭ.

в) залить водой охлаждающую систему датчика концентратомера НАР-12М (для датчиков, предназначенных для использования при температурах окружающей среды и раствора более +60°С);

г) поместить источник нейтронов в датчик для концентратомеров с датчиками Тр и П и в измерительную камеру для концентратомеров с датчиками типа ИК в соответствии с инструкцией по зарядке еИ2.809.206 ИЗ;

д) последовательно заполнить измерительные ячейки, емкости или трубопроводы стенда концентратомера НАР-12М, а затем измерительную ячейку концентратомера ОКБ-10 технологическими растворами борной кислоты с массовыми долями изотопа бор-10, соответствующими началу, середине и концу диапазона измерений (для конкретной модификации НАР-12М). Провести не менее 5 измерений каждого технологического раствора на концентратомерах.

Примечание 1 – После измерения каждого технологического раствора слить раствор из ячейки, емкости или трубопровода стенда или измерительной ячейки, продуть их сжатым воздухом в течение 2 мин.

Примечание 2 – При проведении поверки в условиях эксплуатации используют технологические растворы (теплоноситель АЭС).

Определить расхождение между показаниями концентратомеров по формуле

$$d_i = \mu_{НАР-12М\,i} - \mu_{ОКБ-10i}, \qquad (3)$$

где $\mu_{ОКБ-10i}$– среднее арифметическое показаний концентратомера бора ОКБ-10 для *i*-го технологического раствора (i=1,2,3), г/кг;

$\mu_{НАР-12Мi}$ – среднее арифметическое показаний концентратомера НАР-12М для *i*-го технологического раствора, г/кг.

е) расчет абсолютных значений основной погрешности Δ_0, мг/кг, концентратомера НАР-12М (модификации НАР-12М-ИК, НАР-12М-П, НАР-12М-Тр, НАР-12М-Э-Тр) для каждого раствора проводить по ГОСТ 8.207.

Оценивают следующие характеристики погрешности измерений:

случайную составляющую погрешности измерений в виде оценки среднего квадратичного отклонения, характеризующего воспроизводимость измерений;

значение систематической составляющей погрешности измерений;

значение погрешности измерений.

Рассчитывают среднее квадратическое отклонение результата единичного измерения по формуле

$$S = \sqrt{S^2_{ОКБ-10} + S^2_{НАР-12М}}, \quad (4)$$

где $S_{ОКБ-10}$ – среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения на ОКБ-10, г/кг;

$S_{НАР-12М}$- среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения на НАР-12М, г/кг.

Среднее квадратическое отклонение результата единичного измерения определяют по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{1}^{n}(\mu_i - \bar{\mu})^2}{n-1}} \times 10^3, \quad (5)$$

где μ_i - значение массовой доли, полученное при i-м наблюдении, г/кг;

$\bar{\mu}$ - среднее арифметическое значение массовой доли изотопа бор-10, г/кг;

$$\bar{\mu} = \frac{1}{n}\sum_{1}^{n}\mu_i, \quad (6)$$

n - количество наблюдений, выполненных при проверке.

Доверительные границы ε случайной погрешности результата измерения находят по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S, \quad (7)$$

где t – коэффициент Стьюдента (t=2,262 при n=10, P=0,95)

Границы неисключенной систематической погрешности Θ результата измерений вычисляют путем построения композиции неисключенных систематических погрешностей: расхождения между значением массовой доли изотопа бор-10 в водном растворе на основе ГСО 8544-2004 и показанием прибора; погрешности аттестованного значения ГСО, расхождения между показаниями концентратомеров.

$$\Theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\frac{\Delta^2_{c\max} + \Delta^2_{р-раГСО} + d^2_{\max}}{3}}, \quad (8)$$

где $\Delta_{c\,max}$ - максимальное значение систематической погрешности ОКБ-10 по 7.5.2 а), г/кг;

$\Delta_{р\text{-}ра\,ГСО}$ - погрешность приготовления водного раствора ГСО, г/кг;

d_{max} - максимальное расхождение между показаниями концентратомеров, г/кг.

Расчет оценки погрешности измерений проводят в следующей последовательности:

Сравнивают значения случайной и систематической составляющих погрешности измерений.

Если отношение Θ/S < 0,8, то за значение погрешности измерений Δ принимают доверительные границы случайной составляющей погрешности:

$$\Delta_0 = \varepsilon, \quad (9)$$

Δ - абсолютная погрешность концентратомера НАР-12М, мг/кг;

Если отношение Θ/S > 8, то за значение погрешности измерения принимают:

$$\Delta_0 = \Theta, \quad (10)$$

В случае если отношение 0,8 < Θ/S < 8,0 то оценку погрешности измерения рассчитывают по формуле:

$$\Delta_0 = k \cdot S_\Sigma, \quad (11)$$

где k – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

S_Σ - оценка суммарного среднего квадратического отклонения результата измерения.

Оценку суммарного среднего квадратического отклонения находят по формуле

$$S_\Sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \frac{\Theta_i^2}{3} + S^2}, \quad (12)$$

Вычисление коэффициента k производят по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \Theta}{S + \sqrt{\sum \frac{\Theta^2}{3}}}, \quad (13)$$

7.5.3.Концентратомер считается выдержавшим проверку, если максимальное значение основной погрешности не превышает предела допускаемой основной абсолютной погрешности для конкретной модификации концентратомера.

8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки концентратомера должны быть оформлены протоколом по форме, приведенной в приложении Б.

8.2 На концентратомер, прошедшей поверку с положительным результатом, выдают свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94.

8.3 На концентратомер, не прошедший поверку, выдают извещение о непригодности к применению или делают соответствующую запись в эксплуатационной документации.

Заведующий лабораторией ФГУП «УНИИМ» В.И. Коряков

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ НА ОСНОВЕ ГСО 8544-2004 И ВОДНЫХ РАСТВОРОВ БОРНОЙ КИСЛОТЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ И ГРАДУИРОВКИ КОНЦЕНТРАТОМЕРОВ БОРА НАР-12М

А.1 Область применения

Настоящая методика распространяется на водные растворы на основе государственного стандартного образца состава кислоты борной, обогащенной изотопом бор-10 (ГСО 8544-2004) и водные растворы борной кислоты и устанавливает методику их приготовления и расчета погрешности. Водные растворы на основе ГСО и водные растворы борной кислоты предназначены для градуировки и поверки концентратомеров бора НАР-12М

А.2 Характеристики водных растворов на основе ГСО

А.2.1 Диапазон значений массовых долей изотопа бор-10 в приготовляемых растворах для градуировки и поверки концентратомеров НАР-12М составляет от 0,008 до 1,6 г/кг.

А.2.2 Границы абсолютной погрешности установленных значений массовой доли изотопа бор-10 рассчитывают по процедуре приготовления.

А.2.3 Для поверки концентратомеров НАР-12М приготовляют не менее 3 растворов с массовыми долями изотопа бор-10, соответствующими началу, середине и концу диапазона измерения для каждой модификации концентратомера. Для градуировки концентратомеров используют не менее 14 растворов со значениями массовых долей изотопа бор-10, равномерно расположенных по диапазону согласно гиперболической градуировочной зависимости.

А.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

А.3.1 Средства измерений

-ГСО 8544-2004 Государственный стандартный образец состава кислоты борной обогащенной изотопом бора-10 с атомной долей изотопа бор-10 – 96,90% с абсолютной погрешностью аттестованного значения 0,06%, массовой доли основного вещества 99,95% с абсолютной погрешностью 0,05%;

-Весы лабораторные микрокомпьютерные марки ВЛТЭ-150 с наибольшим пределом взвешивания (НПВ) 150 г, с погрешностью взвешивания до 6 мг;

-Весы электронные унифицированного конструктивного ряда модели ВЭУ-6 с наибольшим пределом взвешивания 6,0 кг, с погрешностью до 3,0 г.;

-Колба мерная 2-2000-2 по ГОСТ 1770-74;

-Ареометр типа АОН-5 650-2000 по ГОСТ 18481, с погрешностью 0,5 кг/м^3;

-Термометр для специальных поверочных лабораторий СП-73 по ТУ 25-11.931-74, диапазон измерения температуры от 8 °С до 38 °С, предел допускаемой погрешности измерения ±0,2 °С;

-Психрометр аспирационный МВ-4-2М по ТУ 25-1607.054-85 диапазон измерения относительной влажности воздуха от 10 % до 100 %;

-Барометр-анероид БАММ-1 ТУ 25-11-1513-79, диапазон измерения атмосферного давления от 80 кПа до 106 кПа, предел допускаемой погрешности измерения ±2 кПа.

А.3.2 Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Емкости герметично закрывающиеся, объемом (3 – 5) л, изготовленные из стекла или нержавеющей стали;

Стеклянная ёмкость с широким горлышком объёмом 50 мл;

Емкость объемом не менее 50 л;

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

Борная кислота по ГОСТ 9656-75.

А.3.3 Приготовление водных растворов проводится при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха (23±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 кПа до 106,7 кПа;
- относительная влажность окружающего воздуха должна быть не более 50 %.

А.4 Процедура приготовления водных растворов

А.4.1 Процедура приготовления водных растворов на основе ГСО

А.4.1.1 Исходным материалом является государственный стандартный образец состава кислоты борной, обогащенной изотопом бор-10 (ГСО 8544-2004). Раствор с требуемой массовой долей готовят взятием навески порошка ГСО и растворения ее в дистиллированной воде.

А.4.1.2 Массу навесок $\mathbf{m_i}$ порошка ГСО, необходимых для приготовления водных растворов на основе ГСО, рассчитывают по формуле

$$m_i = \frac{A_к \cdot \mu_{0i} \cdot M}{A_{10} \cdot \eta_o \cdot C_o}, \qquad (A.1)$$

где μ_{oi} массовая доля изотопа бор-10 в приготовливаемом растворе, г/кг;

η_0 – атомная доля изотопа бор-10 в ГСО, η_0=0,969 отн.ед. указана в паспорте ГСО;

C_0 – массовая доля основного вещества H_3 В O_3 в ГСО, C_o =0,9995 отн.ед. указана в паспорте;

$A_к$ –молекулярная масса борной кислоты H_3BO_3, обогащенной изотопом бор -10 $A_к$=61,053 а.е.м.;

A_{10} –атомная масса изотопа бор-10 A_{10}= 10 а.е.м.;

М– масса приготавливаемого раствора на основе ГСО, М= 3 кг

А.4.1.3 Порядок приготовления водных растворов на основе ГСО

А.4.1.4 Взвесить на лабораторных весах марки ВЛТЭ-150 стеклянную ёмкость с широким горлышком объёмом 50 мл.

А.4.1.5 Открыть упаковку с порошком ГСО, насыпать во взвешенную ёмкость навеску порошка ГСО, рассчитанную по формуле(1), соответствующую необходимой массовой доле (концентрации) изотопа бор-10.

А.4.1.6 Взвесить стеклянную колбу вместимостью 3000 мл на весах марки ВЭУ-6, и высыпать в нее взвешенную навеску ГСО.

А.4.1.7 Заполнить ёмкость, в которой взвешивалась навеска ГСО, на 0,3 объёма дистиллированной водой, тщательно взболтать и затем перелить раствор в емкость с навеской повторяя операцию три раза.

А.4.1.8 Ёмкость, в которой первоначально взвешивалась навеска ГСО, необходимо тщательно промыть дистиллированной водой и просушить.

А.4.1.9 Для получения раствора с заданной массовой долей μ_i (г/кг) необходимо поставить колбу на весы и, доливая в нее дистиллированную воду, довести массу раствора до 3,0 кг при этом тщательно перемешивать содержимое до полного растворения навески.

А.4.1.10 Для определения значения массовой концентрации C_i (г/дм^3) полученного раствора необходимо измерить плотность раствора ρ_i, г/дм^3 ареометром. Значение массовой концентрации изотопа бор-10 C_i, г/дм^3 определить по формуле

$$C_i = \mu_{oi} * \rho_i \qquad (A.2)$$

А.4.1.11 Полученный раствор налить в герметически закрываемую ёмкость объёмом (3-5 л), изготовленную из стекла или нержавеющей стали и плотно закрыть крышку.

А.4.1.12 Растворы для других значений массовой доли бора-10 (таблица А1) приготавливают аналогичным образом, повторяя операции по (4.1.3-4.1.11)

А.4.1.13 Растворы с установленным значением массовой концентрации (г/дм^3) бора-10 можно приготовить с использованием мерной посуды, например, колб мерных 2-2000-2 по ГОСТ 1770-74. Для этого первоначально рассчитать массу навески ГСО по формуле (1) заменив массу приготовляемого раствора М на объем V.

А.4.2 Процедура приготовления водных растворов борной кислоты

А.4.2.1 Исходным материалом является борная кислота по ГОСТ 9656-75. Раствор с требуемой условной массовой долей готовят взятием навески порошка борной кислоты и растворения ее в дистиллированной воде.

А.4.2.2 Массу навесок $\mathbf{m}_i$ порошка борной кислоты (таблица А2), необходимых для приготовления водных растворов, рассчитывают по формуле

$$m_i = \mu_{0i} \cdot K \cdot M(V) \quad , \qquad (A.3)$$

где μ_{oi} массовая доля (концентрация) изотопа бор-10, г/кг (г/дм);

К – коэффициент перевода массовой доли (концентрации) изотопа бор -10 в массовую долю (концентрацию) борной кислоты определяется из предположения, что условная атомная доля изотопа бор-10 в порошке борной кислоты равна 0,198; $K=A_к/0,198 \cdot A_{10}$

M(V) - масса (объем) приготавливаемого раствора, кг (л); M(V)=50кг (л).

4.2.3 Порядок приготовления водных растворов борной кислоты:

- взвесить навески порошка борной кислоты, рассчитанные по формуле (А.3);

- растворить последовательно навески порошка борной кислоты в ёмкости с водой; массу (объем) раствора довести до 50 кг (л); растворы с массовой долей (концентрацией) борной кислоты более 35,0 г/кг (г/дм^3) следует приготавливать с добавлением моноэтаноламина или КОН для обеспечения полного растворения порошка борной кислоты;

- налить полученные растворы в герметически закрываемые ёмкости объёмом не менее 50 л, изготовленные из нержавеющей стали или полиэтилена.

А.5 Расчет значений массовой доли изотопа бор-10 и характеристики погрешности

А.5.1 Установленные значения массовой доли изотопа бор-10 в водных растворах на основе ГСО рассчитывают по формуле

$$\mu_{oi} = \frac{A_{10} \cdot m_i \cdot \eta_o \cdot C_o}{A_к \cdot M} \qquad (A.4)$$

где A_{10} –атомная масса изотопа бор-10, A_{10} =10 а.е.м;

η_o –атомная доля изотопа бор-10 отн единицах,

для ГСО η_o=0,969;

$A_к$ –молекулярная масса борной кислоты H_3BO_3, для ГСО $A_к$=61,053,

C_o – массовая доля основного вещества H_3BO_3 в порошке ГСО;

m_i –масса навески борной кислоты, г;

М –масса приготовляемого раствора, М=3,0 кг.

А.5.2 Погрешность $\Delta\mu_{oi}$ установленного значения массовой доли изотопа бор-10 находится суммированием составляющих погрешности, исходя из процедуры приготовления растворов, по формуле

$$\Delta\mu_{oi} = \mu_{oi} \sqrt{\delta m^2 + \delta\eta_o^{\,2} + \delta C_o^{\,2} + \delta A_k^{\,2} + \delta M^2} \qquad (A.5)$$

где $\delta_m = \frac{\Delta m}{m}$ - относительная погрешность измерения массы навески;

$\delta\eta_o = \frac{\Delta\eta_o}{\eta_o}$ - относительная погрешность значения атомной доли изотопа бор-10;

$\delta C_o = \frac{\Delta C_o}{C_o}$ - относительная погрешность значения массовой доли основного вещества H_3BO_3;

$\delta A_k = \frac{\Delta A_k}{A_k}$ -относительная погрешность молекулярной массы ГСО;

$\delta M = \frac{\Delta M}{M}$ - относительная погрешность измерения массы приготовляемого раствора.

Результаты расчета границ погрешности для набора растворов ГСО, используемых для градуировки и поверки концентратомеров бора НАР-12М приведены в таблице 1.

А.6 Требования к безопасности

А.6.1 При работе с борной кислотой необходимо применять средства индивидуальной защиты: противопылевой респиратор ШБ-1 "Лепесток" – по ГОСТ 12.4.028-76, а также соблюдать меры личной гигиены.

А.6.2 Предельная допустимая концентрация (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений – 10 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005-88.

А.6.3 Класс опасности 3 по ГОСТ 12.1.005-88.

А.7 Требования к квалификации исполнителя

К приготовлению водных растворов на основе ГСО 8544-2004 допускаются лаборанты не ниже 5-го разряда.

А.8 Требования к таре, упаковке и маркировке

Требования к таре, упаковке не предъявляются.

На ёмкость с водным раствором на основе ГСО 8544-2004 наклеивается этикетка, на которой должно быть указано: масса навески, аттестованное значение массовой доли изотопа бор-10, погрешность установленного значения, дата и время приготовления водного раствора. Этикетка должна быть подписана представителем метрологической службы предприятия, на котором приготавливается водный раствор.

После приготовления водные растворы применяются сразу по своему назначению.

А.9 Условия хранения и транспортирования

А.9.1 ГСО транспортируют и хранят в соответствии с требованиями ГОСТ 27206-87 “Соединения и изделия со стабильными изотопами. Приёмка, маркировка, упаковка, транспортирование и хранение”.

А.9.2 После вскрытия полиэтиленовой банки с веществом ГСО оставшуюся часть стандартного образца вновь закрывают крышкой.

А.9.3 Гарантийный срок хранения и действия ГСО указан в свидетельстве на данный ГСО. По истечении указанного срока остатки ГСО изымаются из употребления.

А.10 Оформление результатов аттестации

А.10.1 Результаты измерения заносятся в протокол по форме, приведенной в приложении А1.

Зав. лабораторией ФГУП «УНИИМ» Коряков В.И

Таблица А.1 – Характеристики водных растворов на основе ГСО 8544-2004 используемых для градуировки и поверки концентратомеров НАР-12М

№/№ раство-ра	Масса навески для массы раствора 3 кг m,г	Массовая доля изотопа бор-10, μ_{oj}, г/кг	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta\mu_{oj}$ мг/кг, p=0,95
1		2	3
1	0,151	0,008	0,45
2	0,303	0,016	0,45
3	0,605	0,032	0,45
4	0,946	0,05	0,45
5	1,513	0,08	0,46
6	2,269	0,12	0,47
7	3,404	0,18	0,50
8	4,728	0,25	0,54
9	6,619	0,35	0,62
10	9,456	0,50	0,76
11	13,238	0,70	0,97
12	18,911	1,00	1,30
13	24,585	1,30	1,65
14	30,258	1,60	2,01

Таблица А.2 – Перечень растворов борной кислоты H_3BO_3, необходимых для градуировки и поверки концентратомеров бора НАР-12М

№/№ рас-твора	Массовая доля (концентрация) μ_i, г/кг (г/дм)		Масса навески для раствора массой, (объем) 50кг (л), г
	изотопа бор-10	борной кислоты	
1	0,03±0,01	0,94±0,31	50±15,6
2	0,08±0,02	2,50±0,62	125±31
3	0,16±0,03	5,00±0,94	250±47
4	0,24±0,03	7,49±0,94	375±47
5	0,35±0,04	10,9±1,25	525±64
6	0,45±0,04	14,04±1,25	700±64
7	0,60±0,06	18,71±1,87	925±93
8	0,80±0,06	25,00±1,87	1250±93
9	1,20±0,08	37,43±2,50	1875±125
10	1,60±0,08	49,90±2,50	2500±125
Примечания 1 Определение массовой доли концентрации изотопа бор-10 и границ абсолютной погрешности в приготовленных растворах борной кислоты выполняется с применением концентратомера бора ОКБ-10 согласно методике приведенной в 7.5.2 д)			

ПРИЛОЖЕНИЕ А.1

Протокол № _____

приготовления водного раствора на основе ГСО 8544-2004

_____ 20____ г.

Исходный материал:

Стандартный образец состава кислоты борной, обогащённой изотопом бор-10 (ГСО 8544-2004), марка БК, партия 001, сертификат 3016

Атомная доля изотопа бор-10: η_o_____%

Абсолютная погрешность определения атомной доли изотопа бор-10 при P=0,95: $\Delta\eta_o$ =_____%

Массовая доля основного вещества: C_o = _____ %

Абсолютная погрешность определения массовой доли основного вещества ΔC_o = _____%

Дата выпуска_____

Дата аттестации_____ Срок годности – 10 лет.

Условия приготовления водного раствора на основе ГСО 8544-2004:

Температура окружающего воздуха, °С

Атмосферное давление, кПа

Относительная влажность, %

Масса раствора: М = кг.

Температура раствора при приготовлении: Т = _____ °С.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Протокол поверки № _____ от _____201__ г.

1 Концентратомер _____

2 Заводской номер _____

3 Дата выпуска концентратомера _____

4 Принадлежит _____

5 Вид поверки (первичная, периодическая) _____

6 НД по поверке «ГСИ. Концентратомеры бора НАР-12М. Методика поверки МП 104-243-2010»

7 Средства поверки: ГСО состава кислоты борной, обогащенной изотопом бор-10 (ГСО 8544-2004) с атомной долей изотопа бор-10: 96,60 % с абсолютной погрешностью аттестованного значения 0,06 %; массовой доли основного вещества в борной кислоте: 99,95 % с абсолютной погрешностью аттестованного значения 0,05 %.

8 Условия поверки: температура окружающего воздуха,°С _____

относительная влажность, % _____

9 Результаты поверки: _____

10 Результаты внешнего осмотра _____

11 Результаты опробования _____

12 Электрическое сопротивление изоляции, МОм _____

13 Мощность эквивалентной дозы излучения, Зв/ч

- на наружной поверхности защитного блока $2{,}0 \cdot 10^{-4}$
- на расстоянии 1м от поверхности защитного блока $2{,}0 \cdot 10^{-5}$

Метрологические характеристики (основная абсолютная погрешность) приведены в таблице 1:

Метрологическая характеристика	Значение характеристики	
	по ТУ	действительное по МП

Заключение по результатам поверки _____

Поверитель _____

Выдано свидетельство о поверке

№ _____ от "____" _____ г.

Выдано извещение о непригодности № _____ от "____" _____ г.

ПРОТОКОЛ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Таблица 1 - Определение основной абсолютной погрешности концентратомера бора НАР-12М

№ п/п	Значение массовой доли изотопа бор-10 в *i*-том растворе ГСО μ_{pi}, г/кг	Показания ОКБ-10 для *i*-го раствора ГСО $\mu_{ОКБ\text{-}10i}$, г/кг	Показания ОКБ-10 для *i*-го технологического раствора $\mu_{ОКБ\text{-}10i}$, г/кг	Показания НАР-12М для *i*-го технологического раствора, $\mu_{НАР\text{-}12Мi}$, г/кг.	
				Выход J5	Выход J20
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
Среднее					
СКО					
Δ_c					
d					
$\Delta_{р\text{-}ра\ ГСО}$					
Θ					
Δ_0					

Библиография

[1]	СанПин 2.6.1.2523 – 09	Нормы радиационной безопасности. (НРБ – 99/2009)
[2]	СП 2.6.1.799 – 99	СП 2.6.1.799 – 99 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ – 99)