

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЦЕНТР ИСПЫТАНИЙ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель руководителя

ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

[Signature]
В.С. Александров

«*19*» *сентября* 2006 г.

Радиометры альфа - бета – излучения
спектрометрические
Quantulus 1220
Методика поверки

г.р. 19178-00

Руководитель лаборатории

ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

[Signature]
А. Харитонов

«*22*» *сентября* 2006 г.

Санкт-Петербург

2006

Настоящая методика поверки распространяется на радиометры альфа-бета-излучения спектрометрические Quantulus-1220, предназначенные для определения активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов в счетных образцах, представляющих собой смесь исследуемого раствора и жидкого сцинтиллятора, и устанавливают методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал – 2 года.

Поверка должна осуществляться органами государственной метрологической службы России или метрологическими службами юридических лиц, аккредитованных на право проведения государственной поверки радиометрических средств измерений.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1. Операции поверки

	Операция поверки	Номер пункта методики	Проведение операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр	7.2	Да	Да
2	Опробование	7.3	Да	Да
3	Приготовление счетных образцов	7.4.1	Да	Да
4	Определение чувствительности к альфа-излучению радионуклида ^{239}Pu	7.4.3	Да	Да
5	Определение чувствительности к бета-излучению радионуклида ^3H	7.4.4	Да	Да
6	Определение чувствительности к бета-излучению радионуклида ^{14}C	7.4.5	Да	Да
7	Определение чувствительности к бета-излучению радионуклидов ^{90}Sr и ^{90}Y в равновесии	7.4.6	Да	Да
8	Определение чувствительности к излучению Черенкова радионуклидов ^{90}Sr и ^{90}Y в равновесии	7.4.7	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2. Допускается использование аналогичных средств измерений, метрологические параметры и характеристики которых не хуже указанных в таблице 2. Номенклатура применяемых

радионуклидов может быть расширена по согласованию с требованиями методики выполнения измерений (МВИ) для конкретного прибора. Средства поверки должны иметь действующие свидетельства о государственной поверке.

Таблица 2. Средства поверки

№ п/п	Наименование средств поверки и вспомогательного оборудования	Технические характеристики
1	Образцовые 1-го или 2-го разрядов растворы радионуклидов ^{239}Pu , ^3H , ^{14}C , $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	Удельная активность – $(5 \cdot 10^1 - 5 \cdot 10^2)$ Бк/г, Погрешность активности не более 5%
2	Жидкий сцинтиллятор	Hisafe, Trisafe, Ultima Gold
3	Аналитические весы	Диапазон – (1-100) г Погрешность $\pm 0,1$ г
4	Дозиметр ДКС-1119	Диапазон – (0.05 – 100) мкЗв/ч, Погрешность измерения $\pm 20\%$
5	Термометр лабораторный	Диапазон – (-30 – +40) °С, Цена деления 1°С
6	Барометр БАММ-1	Диапазон – (80 – 106) кПа, Погрешность измерения 3%
7	Психрометр аспирационный М-34	Диапазон измерения относительной влажности воздуха (10 – 100) %, Погрешность измерения 5%
8	Микропипетка	Диапазон – (1-10) мл Погрешность $\pm 0,1$ г

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению измерений и обработке результатов измерений допускаются лица, имеющие профессиональные знания в области радиометрии и изучившие Руководство по эксплуатации радиометра.

4 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности следующих документов:

Нормы радиационной безопасности - НРБ-99;

Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99;

Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей;

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

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха - $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность окружающего воздуха - $(60 \pm 15)\%$;
- атмосферное давление - $(101.3 \pm 4) \text{ кПа}$;
- напряжение питания аппаратуры - $(220 \pm 4.4) \text{ В}$, $(50 \pm 1) \text{ Гц}$;

Должны отсутствовать посторонние источники ионизирующих излучений. Уровень фонового гамма-излучения контролируется дозиметром, фон не должен превышать 0.20 мкЗв/ч .

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- проверка комплектности радиометра, документации на него, на блоки и устройства, входящие в его состав;
- проверка комплектности средств поверки и действующих свидетельств на них; при проведении периодической поверки - проверка наличия свидетельства о первичной поверке радиометра.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

- внешний осмотр согласно п. 7.2;
- опробование согласно п. 7.3;
- определение метрологических параметров согласно п. 7.4.

7.2 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие маркировок и исправных пломб на блоках и устройствах, входящих в состав комплекта радиометра;
- надежность закрепления блоков и устройств на штатных местах;
- отсутствие механических повреждений и дефектов на блоках и устройствах радиометра, могущих повлиять на его работоспособность.

7.3 Опробование.

При проведении опробования необходимо проверить работоспособность прибора с помощью фонового, тритиевого и углеродного стандартов NIST согласно руководству по эксплуатации.

7.4 Определение метрологических характеристик радиометра.

7.4.1 Приготовление счетных образцов.

7.4.1.1 С помощью микропипетки в стандартные флаконы объемом 20 мл ввести по 12 мл жидкого сцинтиллятора, затем по 8 мл образцового раствора измеряемого радионуклида ^{239}Pu , ^3H , ^{14}C , $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$. Массу образцового раствора в счетном образце проконтролировать взвешиванием на аналитических ве-

сах флакона со сцинтиллятором до и после введения раствора. Активность радионуклида в счетном образце рассчитать по формуле:

$$A = A_{y0} \cdot e^{\frac{0,693 \cdot t}{T_{1/2}}} \cdot m \quad (1),$$

где A_{y0} – удельная активность согласно свидетельству на раствор, Бк/г,

$T_{1/2}$ – период полураспада измеряемого радионуклида;

t – время, прошедшее со времени аттестации источника, сут.

m – масса введенного раствора, г.

При приготовлении счетного образца для измерения чувствительности к излучению Черенкова в воде от радионуклида ^{90}Y в чистый сосуд ввести 12 мл дистиллированной воды и 8 мл раствора радионуклидов $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$.

7.4.1.2 Для лучшего перемешивания раствора и жидкого сцинтиллятора встряхнуть флакон несколько раз и выдержать счетный образец в темноте не менее 8 часов.

7.4.1.3 Для измерений фона радиометра приготовить фоновый счетный образец, идентичный по составу радиоактивным счетным образцам, используя вместо раствора радионуклида дистиллированную воду. Фоновый счетный образец для измерения фона по излучению Черенкова приготовить, наполнив сосуд 20 мл дистиллированной воды.

7.4.2 Определение фона альфа- и бета-излучения радиометра.

7.4.2.1 Провести измерения фона радиометра, следуя руководству по эксплуатации. Повторить измерения не менее $m = 5$ раз. Среднее значение скорости счета фона вычислить по формуле:

$$\overline{N_f} = \frac{\sum_{i=1}^m N_{fi}}{m} \quad (2)$$

где N_{fi} – скорость счета фона при i -ом измерении, имп/с

7.4.3 Для определения чувствительности к альфа-излучению ^{239}Pu провести измерения спектра ^{239}Pu приготовленного счетного образца согласно руководству оператора ПО. Повторить измерения не менее пяти раз.

7.4.3.1 Обработку набранных спектров выполнить с помощью программного обеспечения, полученные значения чувствительности для каждого конкретного измерения занести в файл-протокол. Чувствительность определяется согласно формуле:

$$\varepsilon_i = \frac{N_i - \overline{N_f}}{A} \quad (3)$$

где: ε_i – чувствительность, (имп/с)/Бк,

N_i – скорость счета импульсов в выделенной зоне спектра i -го измерения, имп/с,

A – активность ^{239}Pu в источнике, Бк,

T – время измерения, с

7.4.3.2 Рассчитать среднее значение чувствительности по формуле:

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\sum_{i=1}^m \varepsilon_i}{m} \quad (4),$$

где m – число измерений источника.

7.4.3.3 Определить относительное среднеквадратическое отклонение $S_{\bar{\varepsilon}}$ среднего значения чувствительности по формуле:

$$S_{\bar{\varepsilon}} = \frac{1}{\bar{\varepsilon}} \sqrt{\frac{\sum (\varepsilon_i - \bar{\varepsilon})^2}{m(m-1)}} \quad (5),$$

7.4.3.4 Относительную погрешность определения чувствительности (для доверительной вероятности $P=0,95$) рассчитать по формуле:

$$\delta_{\bar{\varepsilon}} = 2 \sqrt{S_{\bar{\varepsilon}}^2 + \frac{\theta^2}{3}} \cdot 100 \quad (6)$$

где θ – относительная погрешность активности измеряемого радионуклида в счетном образце, принять равной 5%.

7.4.3.5 При первичной поверке результаты поверки по п.7.4.4. считаются положительными, если чувствительность составляет не менее 0,9 (имп/с)/Бк, погрешность определения чувствительности при доверительной вероятности $P=0,95$ не более 10 %.

При периодической поверке результаты поверки по п.7.4.4 считаются положительными, если выполняется соотношение:

$$\left| \frac{\bar{\varepsilon} - \varepsilon_0}{\varepsilon_0} \right| \leq \sqrt{\delta_{\bar{\varepsilon}}^2 + \delta_{\varepsilon_0}^2} \quad (7),$$

где $\bar{\varepsilon}$ – среднее значение чувствительности, полученное из результатов измерений счетного образца;

ε_0 – значение чувствительности из свидетельства о первичной поверке;

$\delta_{\bar{\varepsilon}}$ – значение погрешности определения чувствительности от счетного образца;

δ_{ε_0} – значение погрешности определения чувствительности из свидетельства о первичной поверке.

7.4.4 Для определения чувствительности к бета-излучению ^3H провести измерения спектра ^3H приготовленного счетного образца согласно руководству оператора ПО. Повторить измерения не менее пяти раз.

7.4.4.1 Обработку результатов измерений провести в соответствии с п.п. 7.4.3.1-7.4.3.4.

7.4.4.2 При первичной поверке результаты поверки по п.7.4.5. считаются положительными, если чувствительность составляет не менее 0.20 (имп/с)/Бк,

погрешность определения чувствительности при доверительной вероятности $P=0,95$ не более 10 %.

При периодической поверке результаты поверки по п.7.4.4 считаются положительными, если выполняется соотношение (7).

7.4.5 Для определения чувствительности к бета-излучению ^{14}C провести измерения спектра ^{14}C приготовленного счетного образца согласно руководству оператора ПО. Повторить измерения не менее пяти раз.

7.4.5.1 Обработку результатов измерений провести в соответствии с п.п. 7.4.3.1-7.4.3.4.

7.4.5.2 При первичной поверке результаты поверки по п.7.4.5. считаются положительными, если чувствительность составляет не менее 0.60 (имп/с)/Бк, погрешность определения чувствительности при доверительной вероятности $P=0,95$ не более 10 %.

При периодической поверке результаты поверки по п.7.4.5 считаются положительными, если выполняется соотношение (7).

7.4.6 Для определения чувствительности к бета-излучению $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ провести измерения спектра $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ приготовленного счетного образца согласно руководству оператора ПО. Повторить измерения не менее пяти раз.

7.4.6.1 Обработку результатов измерений провести в соответствии с п.п. 7.4.3.1-7.4.3.4.

7.4.6.2 При первичной поверке результаты поверки по п.7.4.6. считаются положительными, если чувствительность составляет не менее 0.90 (имп/с)/Бк, погрешность определения чувствительности при доверительной вероятности $P=0,95$ не более 10 %.

При периодической поверке результаты поверки по п.7.4.6 считаются положительными, если выполняется соотношение (7)

7.4.7 Для определения чувствительности к излучению Черенкова от радионуклидов ^{90}Sr и ^{90}Y провести измерения спектра приготовленного счетного образца с радионуклидами $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ и спектра фоновое счетного образца с дистиллированной водой согласно руководству оператора ПО. Повторить измерения не менее пяти раз.

7.4.7.1 Обработку результатов измерений провести в соответствии с п.п. 7.4.3.1-7.4.3.4.

7.4.7.2 При первичной поверке результаты поверки по п.7.4.7 считаются положительными, если чувствительность составляет не менее 0.60 (имп/с)/Бк, погрешность определения чувствительности при доверительной вероятности $P=0,95$ не более 10 %.

При периодической поверке результаты поверки по п.7.4.7 считаются положительными, если выполняется соотношение (7).

7.5 При положительных результатах поверки по п.7.4.1- 7.4.7 прибор признается годным к эксплуатации.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 На радиометр при положительных результатах поверки выдается свидетельство формы, установленной в соответствии с ПР.50.2.006-94.

8.2 При отрицательных результатах поверки радиометр запрещается к выпуску в обращение и к применению, на него выдается извещение о непригодности с указанием причин по форме приложения ПР 50.2.006-94.