

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»
А.Н.Пронин
М.П. «12» июля 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

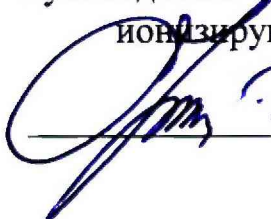
Детекторы радиоактивности для ВЭЖХ

GABI Nova


Методика поверки

МП 2101-001-2018

Руководитель отдела измерений
ионизирующих излучений


С. Г. Трофимчук

Научный сотрудник


Т. И. Шильникова

Санкт-Петербург
2018

Настоящая методика поверки распространяется на детекторы радиоактивности для ВЭЖХ GABI Nova (далее по тексту – детекторы GABI Nova), предназначенные для измерений относительного изменения активности в потоке жидкости (элюате) при проверке радиохимической чистоты соединений с помощью ВЭЖХ, а также для измерений активности радионуклидов в компонентах разделяемой смеси в соответствии с аттестованными и стандартизованными методиками (методами) измерений (при использовании с сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений), и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Первичная поверка детекторов GABI Nova проводится до ввода в эксплуатацию и после ремонта, периодическая – в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 2 года.

Примечание. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1 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	7.1	Да	Да
Опробование:	7.2	Да	Да
Проверка работоспособности	7.2.1	Да	Да
Проверка соответствия ПО	7.2.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик	7.3	Да	Да
Уровень фона	7.3.1	Да	Да
Чувствительность детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ с радионуклидом ^{137}Cs	7.3.2	Да	Да
Относительное СКО выходного сигнала	7.3.3	Да	Да
Относительное изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	7.3.4	Да	Да
Оформление результатов поверки	8	Да	Да
Примечание: Операции поверки проводятся для каждого детектора, которыми укомплектован поверяемый радиометр. Допускается по письменному заявлению заказчика проведение поверки для ограниченного числа детекторов, при этом в свидетельстве о поверке должны быть перечислены детекторы, для которых проведена поверка			

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.

2.1 При проведении поверки должны применяться эталоны, средства измерений и вспомогательное оборудование, приведенные в таблице 2.

2.2 Все эталоны должны иметь действующие свидетельства об аттестации, а средства измерений - действующие свидетельства о поверке или сертификат калибровки.

2.3 Допускается применение других эталонов, средств измерений и оборудования с характеристиками, не уступающими приведенным в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики	Наименование средств поверки и вспомогательного оборудования	Технические характеристики
7.3.2 7.3.3 7.3.4	Рабочий эталон 2-го разряда по ГОСТ 8.033-96 - Источники фотонного излучения радионуклидные спектрометрические закрытые эталонные ОСГИ-3 (рег. № 46383-11) с радионуклидом ^{137}Cs	Активность от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^5$ Бк, погрешность не более $\pm 6 \%$.
5	Термометр	Диапазон измерений температуры – (0 – +40) °С, Цена деления 1 °С
5	Барометр-анероид	Диапазон измерений атмосферного давления – (80 – 106) кПа, Погрешность не более 3 %
5	Психрометр аспирационный	Диапазон измерений относительной влажности воздуха (10 – 100) %, Абсолютная погрешность не более 5 %

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ.

К проведению поверки допускаются лица, прошедшие специальную подготовку и аттестованные на право поверки радиометрических средств измерений.

4 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010 СП 2.6.1.2612-10, Норм радиационной безопасности НРБ-99/2009 СанПиН 2.6.1.2523-09, Межотраслевых правил по охране труда (правил безопасности) при эксплуатации электроустановок ПОТР-016-2001, действующих инструкций по мерам безопасности в поверочной лаборатории, а также требования безопасности, изложенные в соответствующих разделах технической документации на средства поверки.

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, °С 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, % 60 (-30; +10);
- атмосферное давление, кПа 101,3 (-15,3; +5,4);

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- проверка комплектности детектора, документации на него, на блоки, входящие в его состав;
- проверка комплектности средств поверки

При проведении периодической поверки - проверка наличия свидетельства о первичной поверке.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие маркировок на блоках, входящих в состав детекторов GABI Nova;
- надежность закрепления блоков на штатных местах;
- отсутствие механических повреждений и дефектов на блоках поверяемого детектора GABI Nova, которые могут повлиять на его работоспособность.

7.2 Опробование

7.2.1 Выполнить в соответствии с руководством по эксплуатации проверку работоспособности детектора GABI Nova.

7.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

7.2.2.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) детектора GABI Nova включает:

- проверку наличия и соответствия идентификационного наименования и номера версии программного модуля ПО;
- проверку цифрового идентификатора программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода) программного модуля ПО.

Комплектность и идентификационные данные программного обеспечения должны соответствовать приведенным в таблице 3

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО, приведенные в описании типа.

Идентификационные данные (признаки)	Значения	
	Встроенное	Автономное (внешнее)
Идентификационное наименование ПО	GABI Nova	Gina Star (gina_nt.exe)
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.00 ¹⁾	6.1 ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО (по MD5)	недоступен	4C0C2E0C73F8A468 E8FD2CCB295A6C0F ²⁾

¹⁾ Номер версии не ниже указанного в таблице
²⁾ Контрольная сумма файла относится к указанной в таблице версии программного обеспечения

Номер версии встроенного ПО GABI Nova доступен в программе Gina Star в окне «GINA Star Station default_station Setup» (File\Setup>Edit setup\Connection\firmwaregina).

Идентификационное наименование и номер версии внешнего ПО Gina Star отображается в главном меню вкладка Help, затем вкладка Info.

Контрольная сумма для исполняемого файла gina_nt.exe внешнего ПО (путь: C:\Programme\raytest\GINAStar\gina_nt.exe) рассчитывается по алгоритму MD5 при помощи стандартной программы MD5 FileChecker (либо аналогичной).

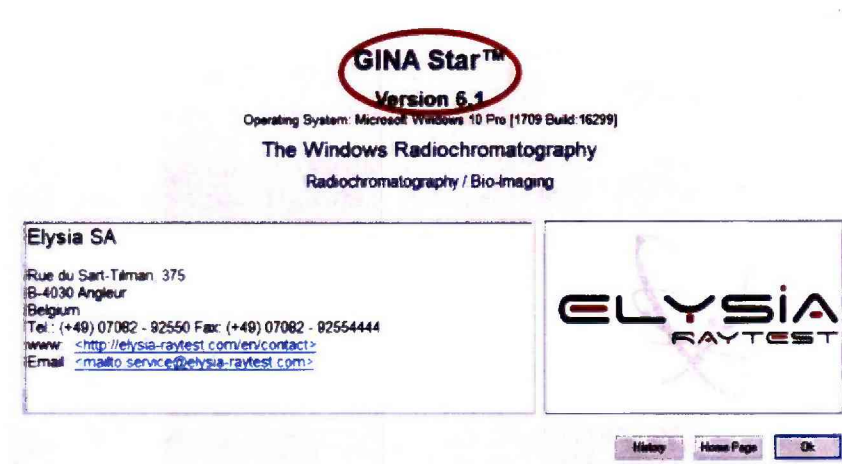
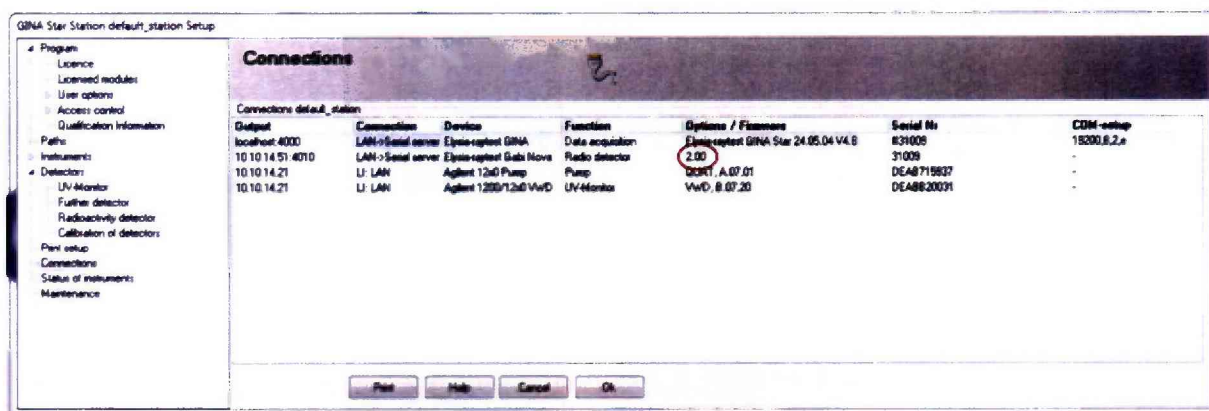


Рисунок 1 - Отображения версий программного обеспечения

7.2.2.2 Определенные при первичной проверке номер версии и цифровой идентификатор указывают на обратной стороне свидетельства о первичной проверке. Соответствие при периодической проверке подтверждается сравнением номера версии и вычисленного цифрового идентификатора с значениями, указанными в «Свидетельстве о первичной проверке».

7.3 Определение метрологических характеристик.

7.3.1 Проверка уровня фона

7.3.1.1 Включить прибор, запустить на персональном компьютере программу Gina Star, ввести пароль, задать параметры измерения: выбор конфигурации, тип детектора, радионуклид/фон, время экспозиции, число циклов, шаблон протокола результатов, имя файла с выходными данными.

7.3.1.2 Приступить к измерениям, кликнув иконку “Start”.

7.3.1.3 Выполнить измерения фона за время не менее 30 минут.

7.3.1.4 По окончании измерений результаты будут сохранены в указанном в п.7.3.1.1 файле.

7.3.1.5 Повторить измерения для каждого детектора.

7.3.1.6 Занести данные в протокол проверки. При периодической проверке результаты проверки по п. 7.3.1 считаются положительными, если фон не превышает значение, полученное при предыдущей проверке, более чем на 15 %.

7.3.2 Определение чувствительности детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ с радионуклидом ^{137}Cs .

7.3.2.1 Установить источник таким образом, чтобы он располагался по центру детектора вплотную к его торцу. Выполнить измерения скорости счета от источника в соответствии с п.п. 7.3.1.1-7.3.1.2, повторив измерения для каждого источника не менее 5 раз, время измерений не менее 100 секунд.

7.3.2.2 Вычислить среднюю скорость счета импульсов от источника по формуле:

$$\bar{N} = \frac{\sum_i N_i}{m}$$

где \bar{N} - средняя скорость счета импульсов от источника, с^{-1}

N_i - скорость счета импульсов от источника в отдельном измерении, с^{-1}

m – количество повторных измерений источника

7.3.2.3 Определить чувствительность по формуле:

$$\eta_i = \frac{\bar{N} - \bar{N}_f}{A}$$

где \bar{N} - средняя скорость счета импульсов от источника, с^{-1}

$A = A_0 \cdot e^{-\frac{\ln 2}{T} t}$ - активность источника на дату измерения, Бк;

A_0 – активность источника из свидетельства на источник, Бк;

T – период полураспада измеряемого радионуклида, сут;

t – время, прошедшее с даты поверки источника, сут;

\bar{N}_f - значение фона по п.7.3.1, с^{-1}

7.3.2.4 Результаты проверки по п. 7.3.2 считаются положительными, если чувствительность для каждого детектора составляет не менее значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ радионуклида ^{137}Cs , $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$, не менее:	
– детектор 2x2" Nal(Tl)	0,15
– детектор 3x3" Nal(Tl)	0,20

7.3.3 Определение относительного СКО выходного сигнала

7.3.3.1 Относительное СКО выходного сигнала определить при расположении источника радионуклида ^{137}Cs активностью от 10^4 до 10^5 Бк вплотную к торцевой поверхности блока.

7.3.3.2 Включить прибор, провести подготовку к измерениям. Через 60 минут (время установления рабочего режима) после включения прибора установить источник ^{137}Cs . Провести измерение скорости счета от источника в соответствии с п.п. 7.3.1.1-7.3.1.2. Повторить установку и измерения источника не менее 5 раз.

7.3.3.3 Значение относительного СКО выходного сигнала определить по формуле:

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{N}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (N_i - \bar{N})^2}{m - 1}}$$

где \bar{N} - средняя скорость счета импульсов от источника, с^{-1} ($\bar{N} = N_i/m$)

N_i - скорость счета импульсов от источника в отдельном измерении, с^{-1}

m – количество повторных измерений источника

7.3.3.4 Результаты проверки по п 7.3.3 считаются положительными, если относительное СКО составляет не более 3 %.

7.3.4 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы

7.3.4.1 Провести операции по п. 7.3.3 и определить среднее арифметическое \bar{N}_1 . Повторять эту процедуру каждый час в течение 8 часов, определяя $\bar{N}_2, \bar{N}_3, \bar{N}_4, \dots, \bar{N}_j$.

7.3.4.2 Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы рассчитать, используя результаты измерений, полученные в п. 7.3.4.1, по формуле:

$$\delta_j = \frac{\bar{N}_j - \bar{N}_1}{\bar{N}_1} \cdot 100$$

7.3.4.3 Результаты проверки по п 7.3.4 считаются удовлетворительными, если полученные значения δ_j не превышают 3 %.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результат поверки признают положительным, если с положительными результатами выполнены операции по п.п. 7.1-7.3. Все результаты заносятся в протокол поверки. Форма протокола поверки приведена в Приложении А.

8.2 На радиометры, признанные годными по результатам поверки, выдают свидетельство о поверке по установленной форме согласно Приложению 1 к Порядку проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке, утвержденному приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 года № 1815.

Знак поверки (оттиск поверительного клейма) наносится на свидетельство о поверке.

В свидетельстве указывается (на оборотной стороне):

- фон для каждого детектора;
- чувствительность для каждого детектора;
- номер версии и цифровой идентификатор ПО (только в св-ве о первичной поверке).

8.3 При отрицательных результатах поверки детектор к применению не допускается и на него выдают извещение о непригодности установленной формы с указанием причин непригодности.

Приложение А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки
Протокол поверки
№ _____ от _____ 20__ г.

Наименование прибора, тип:

Заводской номер:

Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений:

Заказчик:

Серия и номер знака предыдущей поверки (если имеются):

Дата предыдущей поверки:

Вид поверки _____

Наименование нормативного документа при поверке _____

Условия поверки

Параметры	Требования НД	Измеренные значения

Использовались эталоны ___ разряда по ГОСТ 8.033-96 источники фотонного излучения радионуклидные спектрометрические закрытые эталонные ОСГИ-3:

№ источника	Активность, кБк	Погрешность аттестации, %	Дата поверки

Вспомогательные СИ

Наименование	Тип	Зав. номер	Дата поверки
Термометр			
Психрометр аспирационный			
Барометр-анероид			

1 Внешний вид:

Внешний вид, комплектность, маркировка *соответствует (не соответствует)* требованиям технической документации.

Внешние повреждения прибора *отсутствуют (присутствуют)*.

Вывод: результаты проверки: *положительные (отрицательные)*.

2 Опробование

Прибор *работоспособен (не работоспособен)*.

Детектор	Работоспособность

Сообщения об ошибках *отсутствуют (имеются; указать содержание)*.

Результаты опробования *положительные (отрицательные)*.

3 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО)

Идентификационные данные (признаки)	Значения	
Идентификационное наименование ПО	Gina Star™ (gina_nt.exe)	GABI Nova
Номер версии (идентификационный номер) ПО		
Цифровой идентификатор ПО (по MD5)		недоступен

Результаты подтверждения соответствия ПО *положительные (отрицательные)*.

4 Проверка уровня фона.

Детектор	Фон, с ⁻¹

Результаты проверки уровня фона *положительные (отрицательные)*.

5 Определение чувствительности детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ с радионуклидом 137Cs.

Детектор	Чувствительность, Бк ⁻¹ ·с ⁻¹

Результаты определения чувствительности *положительные (отрицательные)*.

6 Определение относительного СКО выходного сигнала

Детектор	СКО, %

Результаты определения СКО выходного сигнала *положительные (отрицательные)*.

7 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы (нестабильность)

Детектор	Нестабильность, %

Результаты определения относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы *положительные (отрицательные)*.

Вывод: результаты поверки: *положительные (отрицательные)*.

Детектор радиоактивности для ВЭЖХ GABI Nova № _____ годен (не годен) к применению.

Выдано свидетельство о поверке № (извещение о непригодности №)

Дата поверки:

Поверитель