

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ООО «НТЦ Амплитуда»С.А. Ермилов
М.п. « » _____ 2019 г.

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»А.Н. Пронин
М.п. « » _____ 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

РАДИОМЕТРЫ АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДОВ ДЛЯ ТОНКОСЛОЙНОЙ И БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ГаммаСкан-02А

Методика поверки

АЖНС.412121.006 МП

Руководитель отдела измерений
ионизирующих излучений

 A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'С. Г. Трофимчук'.

 _____ С. Г. Трофимчук

Москва

2019

Настоящая методика распространяется на радиометры активности радионуклидов для тонкослойной и бумажной хроматографии ГаммаСкан-02А (далее - радиометры), предназначенные для измерений активности гамма- и бета-излучающих радионуклидов при исследовании радиохимической чистоты (РХЧ) радиоактивных препаратов, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

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

Интервал между поверками – 1 год.

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

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Опробование	7.2	Да	Да
3 Определение относительной погрешности измерения активности радионуклидов	7.3	Да	Да
4 Оформление результатов поверки	8	Да	Да

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 сертификаты 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	Рабочий эталон 1-го разряда по ГОСТ 8.033-96 - источник фотонного излучения радионуклидный спектрометрический закрытый эталонный ОСГИ-3 с радионуклидом ^{57}Co (для радиометров исполнения 1)	Активность от 50 до 1000 кБк, погрешность не более $\pm 4\%$.
7.3.3	Рабочий эталон 1-го разряда по ГОСТ 8.033-96 - источник бета-излучения типа 1С0 с радионуклидами $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ (для радиометров исполнения 2)	Активность от 50 до 1000 кБк, погрешность не более $\pm 4\%$.

Номер пункта методики	Наименование средств поверки и вспомогательного оборудования	Технические характеристики
5	Термогигрометр ИВА-6Н (Регистрационный номер в ФИФ 46434-11)	<p>Диапазон измерений температуры – от 0 до +60 °С; Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,3$ °С; Диапазон измерений атмосферного давления от 300 до 110 гПа; Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления $\pm 2,5$ гПа; Диапазон измерений относительной влажности воздуха от 0 до 98 %; Пределы допускаемой основной погрешности измерений относительной влажности при температуре 23 °С ± 5 %</p>
7.3.1 7.3.2 7.3.3	Контрольный радионуклидный источник: ОСГИ-А Ва-133 – для исполнения 1; Sr (Y)-90 или Na-22 – для исполнения 2	Активность от 15 до 30 кБк

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 Поверку могут проводить сотрудники (поверители) аккредитованных на право поверки организаций.

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

5.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|---|---------------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25; |
| - относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| - атмосферное давление, кПа (мм. рт. ст.) | от 84 до 106,7 (от 630 до 800). |

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- проверка комплектности радиометра;
- проверка наличия эксплуатационной документации на радиометр;
- проверка комплектности средств поверки;
- проверка наличия эксплуатационной документации на средства поверки.

6.2 Подготовить радиометр к эксплуатации в соответствии с разделами 2.2.1 и 2.2.2 Руководства по эксплуатации.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки (наименование или товарный знак завода-изготовителя, тип и заводской номер радиометра);
- отсутствие механических повреждений корпуса, кнопок включения/выключения и соединительных проводов;

7.2 Опробование

7.2.1 Проверка работоспособности

7.2.1.1 Включить радиометр и выполнить операции в соответствии с пунктами 2.2.3 и 2.2.4 Руководства по эксплуатации (далее – РЭ).

7.2.1.2 Запустить программу «ГаммаСкан-02А» в соответствии с пунктом 2.3.1.1 РЭ.

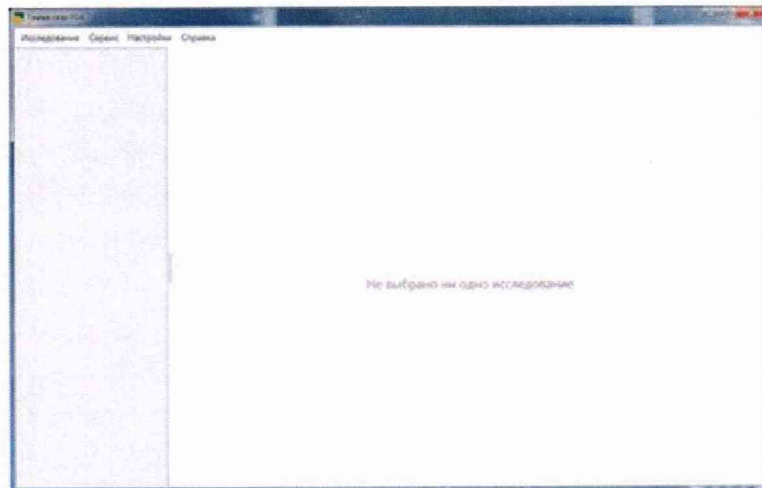


Рисунок 1 – Внешний вид интерфейса пользователя после запуска программы «ГаммаСкан-02А»

7.2.1.3 Для радиометров исполнения 1 провести энергетическую калибровку (п. 2.3.1.2 РЭ) с использованием контрольного источника ОСГИ-А Ва-133 из комплекта поставки радиометра.

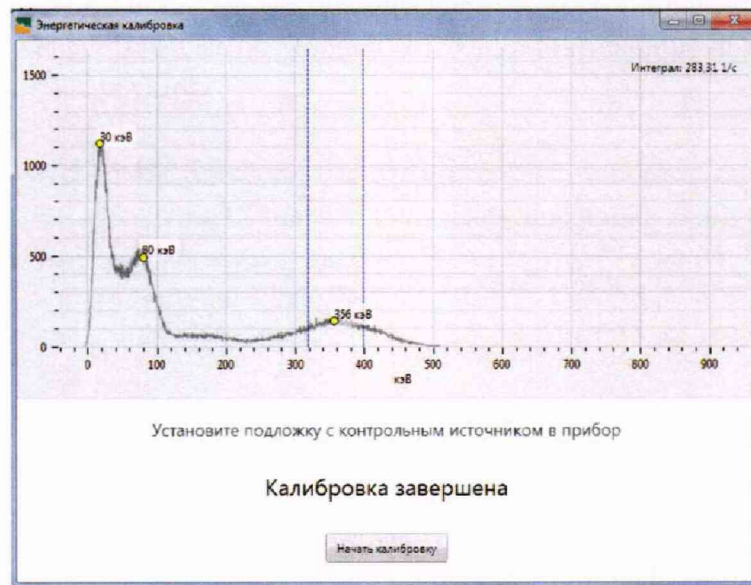


Рисунок 2 – окно задачи «Энергетическая калибровка»

7.2.1.4 Для радиометров исполнения 2 провести набор спектра с использованием контрольного источника Sr (Y)-90 или Na-22 из комплекта поставки радиометра (п. 2.3.1.3 РЭ).

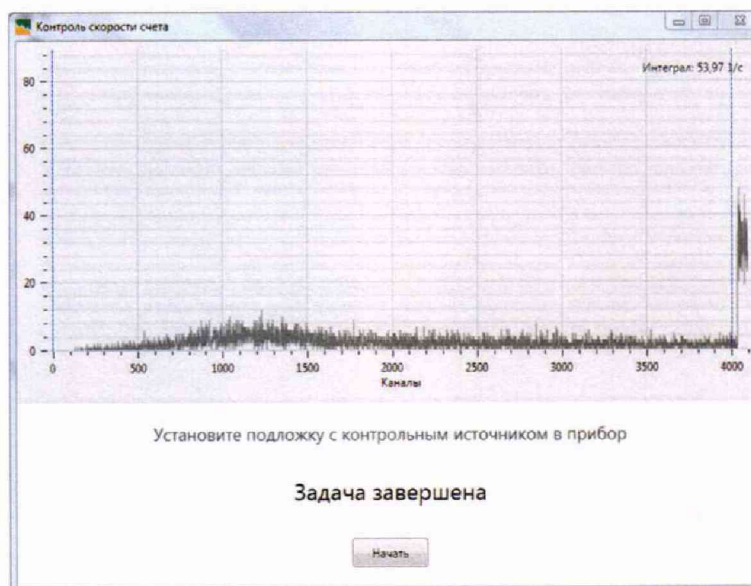


Рисунок 3 – окно задачи «Контроль скорости счета»

7.2.1.5 Для радиометров исполнения 1 и исполнения 2 провести измерение фона (п. 2.3.1.4 РЭ).



Рисунок 4 – окно задачи «Измерение фона»

7.2.1.6 Результаты проверки работоспособности считаются положительными, если:

- внешний вид интерфейса для работы с прибором соответствует рисунку 1;
- наблюдается набор спектров от контрольных источников;
- вид спектров соответствует рисункам 2 и 3.

7.2.2 Проверка соответствия программного обеспечения (ПО)

7.2.2.1 Для проверки соответствия идентификационных данных встроенного ПО убедиться, что при включении радиометра и по окончании измерений на экране радиометра отображаются надписи «ГаммаСкан-02А» и «НТЦ Амплитуда».

7.2.2.2 Для проверки соответствия идентификационных данных автономного ПО для ПК необходимо войти в меню «Справка», далее – «О программе». Появится окно (рисунок 5), в котором указаны наименование автономного ПО, его версия, контрольная сумма исполняемого файла GammaScan.exe, определяемая по MD5 и другие сведения. Идентификация автономного ПО производится путем сличения с данными, приведенными в РЭ.

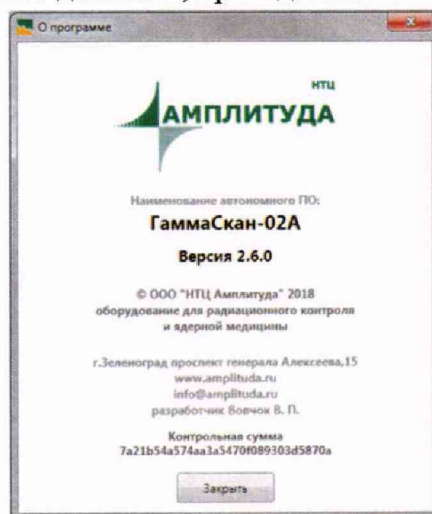


Рисунок 5 – Информация об автономном ПО

7.2.2.3 При первичной проверке, занести значение контрольной суммы исполняемого файла в свидетельство о проверке.

7.2.2.4 Результаты проверки считаются положительными, если на экране дисплея идентификационные данные соответствуют таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значения	
	Встроенное ПО	Автономное ПО
Идентификационное наименование ПО	ГаммаСкан-02А	ГаммаСкан-02А
Номер версии (идентификационный номер) ПО	-	не ниже 2.6.0
Цифровой идентификатор ПО (MD5)	-	*
Наименование предприятия-изготовителя	«НТЦ Амплитуда»	
*Значение цифрового идентификатора ПО указывается в разделе «Особые отметки» РЭ и в свидетельстве о первичной поверке.		

7.3 Определение относительной погрешности измерений активности радионуклидов

7.3.1 Подготовка к измерениям

7.3.1.1 Подготовить радиометр к работе в соответствии с пунктом 2.2 РЭ и запустить программу «ГаммаСкан-02А» (п. 2.3.1.1 РЭ).

7.3.1.2 При проведении поверки использовать рабочие эталоны не ниже 2-го разряда:

- источник ОСГИ с радионуклидом Co-57 – для радиометров исполнения 1;
- источник 1С0 с радионуклидом Sr(Y)-90 – для радиометров исполнения 2.

Активность источников должна быть в диапазоне от 50 до 1000 кБк.

7.3.2 Измерения активности рабочих эталонов

7.3.2.1 Создать в программе «ГаммаСкан-02А» новое исследование в соответствии с пунктом 2.3.1.5 РЭ.

7.3.2.2 Данные для создания исследования для радиометров исполнения 1 приведены в таблице 4.

7.3.2.3 Данные для создания исследования для радиометров исполнения 2 приведены в таблице 5.

Таблица 4 – Данные для создания исследований для радиометров исполнения 1

Шаблон	Поверка-ОСГИ 57Co
Количество хроматограмм	5
Длина шага, мм	1
Время измерения шага, с	Выбрать в соответствии с таблицей 6

Таблица 5 – Данные для создания исследований для радиометров исполнения 2

Шаблон	Поверка-С0 Sr (Y)-90
Количество хроматограмм	5
Длина шага, мм	1
Время измерения шага, с	Выбрать в соответствии с таблицей 6

7.3.2.5 Время измерения шага выбирается в зависимости от активности рабочего эталона в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6

Активность рабочего эталона, кБк	Время измерения шага, с
от 50 до 100	Не менее 8
от 100 до 1000	Не менее 4

7.3.2.6 Установить источник - рабочий эталон в подложку для источников в 1-е гнездо (ближнее к линии старта). Подложку с источником вставить в отверстие для подачи подложки с ХП.

7.3.2.7 Провести сканирование подложки 6 раз, каждый раз поворачивая источник в гнезде подложки на $\sim 60^\circ$, в соответствии с п. 2) 2.3.1.6 РЭ.

Примечание – поворот источника реализует метод рандомизации для нивелирования обусловленного щелевым коллиматором сцинтилляционного детектора влияния на результат измерений неравномерности пространственного распределения радионуклида в активном слое источника – рабочего эталона.

7.3.2.8 Выбрать интересующую хроматограмму. Значение измеренной активности отображается внизу под таблицей с параметрами хроматограммы. Занести измеренные значения активности A_k^i при каждом положении (угле поворота источника в гнезде подложки) в протокол, где индекс k – номер измерения при повороте источника в гнезде подложки (k меняется от 1 до 6), индекс i – номер серии измерений по 6 измерений в каждой серии (i меняется от 1 до 4).

7.3.2.9 Рассчитать и занести в протокол значение измеренной активности A_i источника по формуле:

$$A_i = \frac{\sum_k A_k^i}{6} \quad (1)$$

7.3.2.10 Повторить операции по пп. 7.3.2.7 – 7.3.2.9 еще три раза.

7.3.3 Обработка результатов измерений

7.3.3.1 Для каждого исполнения радиометра провести следующие расчеты:

1) Рассчитать и занести в протокол значения активности источников - рабочих эталонов на дату поверки по формуле (2):

$$A_0 = A \cdot e^{-\lambda \cdot T} \quad (2)$$

где T – время, прошедшее со дня поверки или калибровки рабочего эталона, сутки;

A – значение активности рабочего эталона (из свидетельства о поверке или сертификата калибровки) на дату поверки или калибровки рабочего эталона.

λ – постоянная распада рассчитывается по формуле (3)

$$\lambda = \frac{\ln(2)}{T_{1/2}} \quad (3)$$

где $T_{1/2}$ для Co-57 – 272,8 суток; для Sr-90 – 10519 суток.

2) Рассчитать и занести в протокол среднее арифметическое значение измеренной активности рабочего эталона по формуле (4):

$$\bar{A} = \frac{\sum A_i}{4} \quad (4)$$

где \bar{A} – среднее арифметическое значение активности по результатам 4-х серий измерений (с поворотом источника в каждой серии измерений) хроматограммам, Бк;
 A_i – измеренная активность для i -й хроматограммы, полученная по формуле (1), Бк;
 i – номер хроматограммы.

- 1) Провести оценку относительного среднеквадратического отклонения оценки измеренного значения активности S :

$$S = \frac{100}{\bar{A}} \sqrt{\frac{\sum (A_i - \bar{A})^2}{12}}, \% \quad (5)$$

- 2) Оценить границы неисключенной систематической погрешности θ :

$$\theta = (|\delta| + |\delta_0|) \quad (6)$$

где δ_0 – относительные доверительные границы погрешности источника – рабочего эталона из свидетельства о поверке или сертификата калибровки, или в соответствии с поверочной схемой;

δ – относительная погрешность измерения активности, определяемая по формуле:

$$\delta = \frac{\bar{A} - A_0}{A_0} \cdot 100 \% \quad (7)$$

- 3) Рассчитать и занести в протокол относительные доверительные границы погрешности Δ измерения активности рабочего эталона, которые определяются по формуле:

$$\Delta = \frac{3,182 \cdot S + \theta}{S + \frac{\theta}{\sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\left(\frac{\theta}{\sqrt{3}}\right)^2 + S^2} \quad (8)$$

7.3.3.2 Результаты проверки считаются положительными, если относительные доверительные границы погрешности Δ измерения активности рабочего эталона находятся в пределах $\pm 10\%$.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 При положительных результатах поверки радиометра ГаммаСкан-02А выдается Свидетельство о поверке установленной формы.

8.2 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

8.3 При отрицательных результатах поверки на радиометр ГаммаСкан-02А выдается Извещение о непригодности установленной формы с указанием причин непригодности.