

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

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А.Н. Пронин

«27» декабря 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Радиометры для тонкослойной и жидкостной
хроматографии Scan-RAM**

Методика поверки

МП 2102-017-2021

Зам. руководителя отдела измерений
ионизирующих излучений ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ Н.И. Кармалицын

Руководитель сектора


_____ С.М. Аршанский

Научный сотрудник


_____ Т.И. Шильникова

г. Санкт-Петербург
2021 г.

Содержание

Вводная часть	3
1 Операции поверки.....	3
2 Требования к условиям проведения поверки.....	4
3 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	4
4 Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
5 Требования безопасности.....	4
6 Внешний осмотр средства измерений	5
7 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	5
8 Проверка программного обеспечения средства измерений	5
9 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	6
10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
11 Оформление результатов поверки	7
Приложение А_(рекомендуемое).....	8

Вводная часть

Настоящая методика поверки (далее МП) распространяется на Радиометры для тонкослойной и жидкостной хроматографии Scan-RAM (далее по тексту - радиометры), предназначенные для измерений распределения активности радионуклида по длине хроматографической полоски при проверке радиохимической чистоты соединений с помощью тонкослойной хроматографии, а также для измерений изменения активности в потоке жидкости (элюата) при проверке радиохимической чистоты соединений с помощью жидкостной хроматографии.

Настоящая МП устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки.

Поверка проводится методом прямых измерений величин, воспроизводимых эталонами, и обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений к государственному первичному эталону ГЭТ 6-2016.

Первичной поверке подлежат радиометры до ввода в эксплуатацию и выпускаемые в обращение после ремонта.

Периодической поверке подлежат радиометры, находящиеся в эксплуатации.

Примечание. При пользовании настоящей МП 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.

Примечание. Настоящей МП не предусмотрена возможность проведения поверки для меньшего числа измеряемых величин. Настоящей МП предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов и (или) отдельных измерительных блоков из состава средства измерений (СИ). Настоящей МП не предусмотрена возможность проведения поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений.

1 Операции поверки

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

Таблица 1. Операции при проведении поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование	7	да	да
3 Подтверждение соответствия ПО	8	да	да
4 Определение метрологических характеристик:	9	да	да
4.1 Проверка чувствительности детекторов при регистрации гамма-излучения источников типа ОСГИ на основе ^{137}Cs , ^{241}Am	9.1	да	да
4.2 Проверка чувствительности детектора при регистрации бета- излучения $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ в источнике типа 1СО	9.2	да	да
5 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	10	да	да
6 Оформление результатов поверки	11	да	да

Примечание. Операции по п. 4 выполняются для всех детекторов, входящих в состав поверяемого радиометра. По письменному заявлению заказчика допускается проведение поверки для ограниченного числа блоков (детекторов).

2 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа от 86,0 до 106,7
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80

3 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению измерений и обработке результатов измерений допускаются лица, имеющие профессиональные знания в области спектрометрии и дозиметрии ионизирующих излучений, изучившие руководство по эксплуатации и допущенные к поверке СИ в установленном порядке.

4 Метрологические и технические требования к средствам поверки

4.1 При проведении поверки должны применяться эталоны и вспомогательные средства поверки, указанные в таблице 2.

4.2 Все эталоны и СИ должны быть исправны и иметь действующие свидетельства об аттестации или о поверке.

Таблица 2. Эталоны и средства измерений, применяемые при поверке

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9.1 Определение метрологических характеристик	Рабочий эталон 2-го разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений активности, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников, утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 № 2841 – источники фотонного излучения радионуклидные на основе радионуклидов ¹³⁷ Cs, ²⁴¹ Am. Активность от 10 до 50 кБк, погрешность не более ±6 %.	Источники фотонного излучения радионуклидные закрытые спектрометрические эталонные ОСГИ-3 (рег. № 46383-11)
	Рабочий эталон 2-го разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений активности, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников, утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 № 2841 - источники бета-излучения с радионуклидами стронций-90+иттрий-90. Активность от 100 до 5000 Бк, погрешность не более ±6 %.	Источники бета-излучения закрытые с радионуклидами стронций-90+иттрий-90 (рег. № 61305-15)
п. 2 Контроль требований к условиям поверки	Термометр. Диапазон измерений от 0 до +40 °С Цена деления 1 °С	Метеометр МЭС-200А (рег. № 27468-04)
	Барометр-анероид. Диапазон измерений от 80 до 106 кПа. Погрешность не более 3 %	
	Психрометр аспирационный. Диапазон измерений относительной влажности воздуха от 10 до 100 %, Абсолютная погрешность не более 5 %	
Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

5 Требования безопасности

5.1 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, Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 г № 903н, действующих инструкций по мерам безопасности в поверочной лаборатории, а также требования безопасности, изложенные в соответствующих разделах технической документации на средства поверки и правила техники безопасности, действующие на данном предприятии.

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

6 Внешний осмотр средства измерений

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие эксплуатационной документации (ЭД), описания типа и соответствие внешнего вида прибора описанию типа;
- соответствие комплектности поверяемого радиометра требованиям описания типа и ЭД в объеме, необходимом для проведения поверки;
- отсутствие на радиометре загрязнений, механических повреждений, влияющих на его работоспособность.

7 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

7.1 Перед проведением поверки необходимо ознакомиться с ЭД на радиометр.

7.2 Радиометр и средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с ЭД на них.

7.3 Провести опробование средства измерений:

Включить радиометр, по наличию показаний скорости счета импульсов (cps) убедиться в работоспособности радиометра.

8 Проверка программного обеспечения средства измерений

Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) радиометра включает проверку соответствия номеров версий встроенного ПО.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать данным, приведенным в описании типа (таблица 3).

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

Идентификационные данные (признаки)	Значения
Идентификационное наименование ПО	Laura (laura.exe)
Номер версии (идентификационный номер) ПО	6.1.1.20 ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО (по MD5)	3e38b2beef8e6bba7aab23a8547f9440 ²⁾

¹⁾ Номер версии не ниже указанного в таблице

²⁾ Контрольная сумма файла относится к указанной в таблице версии программного обеспечения

Номер версии автономного ПО Laura отображается в основном меню во вкладке About.

Контрольная сумма для исполняемого файла laura.exe ПО Laura рассчитывается по алгоритму MD5 при помощи стандартной программы MD5 FileChecker (либо аналогичной).

Отображение версии ПО Laura показано на рисунке 1.



Рисунок 1 - Отображение версии ПО Laura.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений

9.1 Проверка чувствительности детекторов при регистрации гамма-излучения источников типа ОСГИ на основе ^{137}Cs , ^{241}Am .

9.1.1 Перед измерением источников выполнить измерения фона для каждого детектора в представленных конфигурациях. Включить прибор, запустить на персональном компьютере ПО Laura, ввести пароль, задать параметры измерения: выбор конфигурации, тип детектора, радионуклид/фон, время измерения, число циклов, шаблон протокола результатов, имя файла с выходными данными.

9.1.2 Приступить к измерениям, кликнув иконку "Start".

9.1.3 Выполнить измерение фона за время не менее 30 минут.

9.1.4 Повторить измерения фона для всех детекторов в каждой возможной конфигурации.

9.1.5 Установить источник таким образом, чтобы он располагался по центру детектора вплотную к его торцу. Выполнить измерения источника, установив в ПО Laura соответствующие параметры измерения: выбор конфигурации, тип детектора, радионуклид, время измерения, число циклов, шаблон протокола результатов, имя файла с выходными данными.

9.1.6 Определить чувствительность по формуле:

$$\eta_i = \frac{N_i - N_f}{A}, \quad (1)$$

где N_i - скорость счета импульсов от источника, с^{-1} ;

N_f - скорость счета импульсов фона, 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.

9.1.7 Результаты проверки по п. 9.1 считаются положительными, если чувствительность для каждого детектора в указанной конфигурации составляет не менее значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4. Чувствительность детекторов PN-FXX-03 и PN-FXX-02.

Наименование характеристики	Значение	
	Конфигурация для ВЭЖХ (с защитой)	Конфигурация для ТСХ (с коллиматором)
Чувствительность детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ на основе ^{137}Cs , $\text{Бк}^{-1}\cdot\text{с}^{-1}$ – детектор PN-FXX-03	0,03	0,04
Чувствительность детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ на основе ^{241}Am , $\text{Бк}^{-1}\cdot\text{с}^{-1}$ – детектор PN-FXX-02	0,03	0,03

9.2 Проверка чувствительности детектора PN-FXX-06 при регистрации бета-излучения $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ в источнике типа 1CO (1C0).

9.2.1 Повторить измерения и вычисления по п. 9.1 для источников типа 1CO.

9.2.2 Результаты проверки по п. 9.2 считаются положительными, если чувствительность составляет не менее значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5. Чувствительность для детектора PN-FXX-06.

Наименование характеристики	Значение	
	Конфигурация для ВЭЖХ (с защитой)	Конфигурация для ТСХ (с коллиматором)
Чувствительность детектора при регистрации бета-излучения источника типа 1CO, $\text{Бк}^{-1}\cdot\text{с}^{-1}$ – детектор PN-FXX-06	0,30	0,07

10 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Средство измерений признают соответствующим метрологическим требованиям, установленным при утверждении типа, если операции по п.п. 9.1 – 9.2 выполнены с положительными результатами.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Все результаты заносятся в протокол поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении А.

11.2 Сведения о результатах поверки средств измерений в целях подтверждения поверки должны быть переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке.

11.3 По заявлению владельца прибора положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке по установленной форме, при отрицательных результатах оформляется извещение о непригодности по установленной форме.

Приложение А
(рекомендуемое)
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____ г. к свидетельству о поверке (извещению о непригодности)
№ _____ от _____ г.

Наименование средства измерения, тип	Радиометр для тонкослойной и жидкостной хроматографии Scan-RAM
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде	
Заводской номер	
Изготовитель	Компания LabLogic Systems Limited, Великобритания
Год выпуска	
Заказчик (наименование и юридический адрес)	
Комплектность СИ, представленного на поверку (при поверке с ограниченным числом блоков (детекторов) по заявлению заказчика)	

Вид поверки: первичная/периодическая

Методика поверки: МП 2102-017-2021 «ГСИ. Радиометры для тонкослойной и жидкостной хроматографии Scan-RAM. Методика поверки»

Средства поверки:

Наименование и регистрационные номера в Федеральном информационном фонде	Сведения о поверке	Примечание

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25	
Атмосферное давление, кПа	от 86 до 106	
Относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80	

Результаты поверки

1 Внешний вид:

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

Внешние повреждения прибора *отсутствуют (присутствуют)*.

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

2 Опробование

Прибор *работоспособен (не работоспособен)*.

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

Результаты опробования *положительные (отрицательные)*.

3 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО)

Номер версии программного обеспечения _____.

Цифровой идентификатор ПО _____.

Результаты подтверждения соответствия ПО *положительные (отрицательные)*.

