

СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель генерального
директора – заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»



А.Н. Щипунов

М.п.

10

2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Комплексы альфа-спектрометрические программно-
аппаратные Альфа ПАК

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП СФАТ.412125.008

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ	3
2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	4
3. ТРЕБОВАНИЯМ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	5
4. ТРЕБОВАНИЯМ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ	5
5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ	5
6. ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ	6
7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	6
8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.....	6
9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ	6
10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ	7
11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	10

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика применяется для поверки комплексов альфа-спектрометрических программно-аппаратных Альфа ПАК (далее по тексту – комплексов), используемых в качестве средств измерений в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников, утвержденной приказом Росстандарта № 2841 от 29.12.2018 (далее – ГПС).

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение
Диапазон энергий регистрируемого альфа-излучения, МэВ	от 3 до 8
Пределы допускаемой относительной погрешности характеристики преобразования (интегральная нелинейность), %	$\pm 0,1$
Энергетическое разрешение по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника ¹⁾ , расположенного на 9 полке от поверхности детектора, кэВ, не более	
Альфа ПАК-300	16
Альфа ПАК-450	20
Альфа ПАК-600	25
Альфа ПАК-900	30
Альфа ПАК-1200	35
Диапазон измерений активности радионуклидов, Бк	от 10^{-2} до 10^4
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений активности радионуклидов, %	± 30
Эффективность регистрации по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника ¹⁾ , расположенного на 3 полке от поверхности детектора, $\text{с}^{-1} \cdot \text{Бк}^{-1}$, не менее	
Альфа ПАК-300	0,10
Альфа ПАК-450	0,10
Альфа ПАК-600	0,15
Альфа ПАК-900	0,20
Альфа ПАК-1200	0,20
Примечание ¹⁾ Источник альфа-излучения спектрометрического назначения, изготавливаемый по техническим условиям ТУ 7018-401-07625447-13.	

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единицы активности альфа-излучающих радионуклидов в соответствии с ГПС, подтверждающая прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 6-2016.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод прямых измерений.

2. ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 При проведении первичной (в том числе после ремонта) и периодической поверок должны выполняться операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Операции первичной и периодической поверок

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
Проверка программного обеспечения (далее – ПО) средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10
Определение энергетического разрешения по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника, расположенного на 9 полке от поверхности детектора	да	да	10.1
Проверка диапазона энергий регистрируемого альфа-излучения и определение пределов допускаемой относительной погрешности характеристики преобразования (интегральной нелинейности)	да	да	10.2
Определение эффективности регистрации по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника, расположенного на 3 полке от поверхности детектора	да	да	10.3
Проверка диапазона измерений активности радионуклидов и определение пределов допускаемой относительной погрешности измерений активности радионуклидов	да	да	10.4

2.2 Поверка комплекса прекращается в случае получения отрицательного результата при проведении хотя бы одной из операций, приведенных в таблице 1, а комплекс признают не прошедшим поверку.

2.3 Не допускается проведение поверки для меньшего числа измеряемых величин.

3. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны выполняться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С.....от +15 до +25;
- атмосферное давление, кПа от 86 до 106;
- относительная влажность воздуха, %.....от 30 до 80;
- мощность амбиентного эквивалента дозы гамма-излучения, мкЗв/ч, не более0,2;

4. ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 Поверку могут проводить лица с высшим или средним техническим образованием, имеющие квалификацию поверителя, ознакомленные с руководством по эксплуатации комплексов и допущенные к работам с источниками ионизирующих излучений.

5. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяются эталоны и средства измерений, приведенные в Таблице 3.

Таблица 3

<i>Операции поверки, требующие применение средств поверки</i>	<i>Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки</i>	<i>Перечень рекомендуемых средств поверки</i>
п. 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 80 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью не более 0,5 кПа;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне измерений от 20 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ±5 %;</p> <p>Средства измерений мощности амбиентного эквивалента дозы гамма-излучения в диапазоне измерений от 0,1 мкЗв/ч до 1 мЗв/ч с относительной погрешностью не более ±20 %.</p>	<p>Прибор комбинированный Testo 608-N1, рег. № 53505-13;</p> <p>Барометр рабочий сетевой БРС-1М-1, рег. № 16006-97;</p> <p>Прибор комбинированный Testo 608-N1, рег. № 53505-13</p> <p>Дозиметр-радиометр МКС-АТ6130, рег. № 25206-20</p>
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Радионуклидный источник альфа-излучения на основе радионуклидов ^{233}U , ^{238}Pu , ^{239}Pu и радионуклидный источник альфа-излучения на основе радионуклида ^{241}Am или ^{238}Pu , соответствующие требованиям к эталонам не ниже рабочих эталонов 2 разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта № 2841 от 29.12.2018 г. Активность радионуклидов от $1 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^4$ Бк, границы относительной погрешности не более ±6 %.	Источники альфа-излучения радионуклидные спектрометрические эталонные ОСАИ, рег. № 56659-14
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6. ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки должны выполняться требования:

- «Норм радиационной безопасности (НРБ-99/2009)»;
- «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010)»;
- «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей и правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей (ПТЭ и ПТБ-84)»;
- Инструкций по радиационной безопасности.

7. ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении внешнего осмотра устанавливается:

- отсутствие механических повреждений и других видимых дефектов устройств и кабельных линий связи, входящих в состав комплекса, которые могут повлиять на работоспособность;
- наличие маркировки и пломб;
- наличие руководства по эксплуатации комплекса;
- наличие положительных результатов предыдущей поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (при периодической поверке).

Результаты внешнего осмотра считаются положительными, если выполняются вышеперечисленные требования. В противном случае комплекс признается непригодным к применению.

8. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки комплекс подготавливается к работе в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации.

8.2 Проводятся измерения температуры, относительной влажности, давления воздуха в месте расположения комплекса. Результаты измерений заносятся в рабочий журнал.

8.3 При опробовании проводится проверка работоспособности комплекса в соответствии с руководством по эксплуатации. С помощью источника альфа-излучения убеждаются, что происходит набор спектра.

Результаты опробования считаются положительными, если происходит набор спектра. В противном случае комплекс признается непригодным к применению.

9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

В соответствии с РЭ на комплекс:

- проверить идентификационное наименование ПО;
- проверить номер версии (идентификационный номер) ПО;
- определить цифровой идентификатор ПО (контрольную сумму исполняемого кода).

Результаты поверки по пункту 9 считать положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют указанным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	AP.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО ¹⁾	2021.08.02
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода) ²⁾	8B11D94D
Алгоритм вычисления идентификатора ПО	CRC32
¹⁾ Номер версии не ниже указанного до версии 2040.99.99.	
²⁾ Контрольная сумма файла AP.exe относится к текущей (2021.08.02) версии ПО.	

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение энергетического разрешения по линии радионуклидов ²³⁸Pu или ²⁴¹Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника, расположенного на 9 полке от поверхности детектора

Комплекс подготавливается к выполнению измерений в соответствии с РЭ.

Проводится предварительное измерение энергетической ширины канала анализатора К. Для этого источник с радионуклидами ²³³U, ²³⁸Pu, ²³⁹Pu устанавливается в измерительную камеру (ИК) в держатель образцов (дистансерное устройство) на 9 полке от поверхности детектора и после установления рабочего режима с помощью ПО AlphaPRO программными средствами регистрируется альфа-спектр за время, обеспечивающее набор в максимуме спектра каждого нуклида не менее $2 \cdot 10^3$ импульсов. По окончании регистрации спектр сохраняется и анализируется в соответствующем рабочем окне программы. Значение энергетической ширины канала К определяется программно по соответствующим пикам полного поглощения альфа-частиц радионуклидов источника, по формуле:

$$K = \frac{E_2 - E_1}{n_2 - n_1}, \quad (10.1)$$

где E_1, E_2 – значения энергии, соответствующие пикам полного поглощения альфа-частиц, испускаемых источником; n_1, n_2 – номера каналов, соответствующие положениям центроид пиков с энергиями E_1 и E_2 .

Затем определяется энергетическое разрешение по линии 5,5 МэВ. Для этого источник с радионуклидом ²³⁸Pu или ²⁴¹Am помещается в ИК в держатель образцов на 9 полке от поверхности детектора и после установления рабочего режима с помощью ПО AlphaPRO программными средствами регистрируется альфа-спектр за время, обеспечивающее набор в максимуме спектра каждого нуклида не менее $1 \cdot 10^4$ импульсов. Энергетическое разрешение (η) определяется программными средствами или по формуле:

$$\eta = \Delta_n \cdot K, \quad (10.2)$$

где Δ_n – ширина пика полного поглощения на его полувысоте, каналов.

Результаты проверки по определению энергетического разрешения считаются положительными, если полученные значения энергетического разрешения не превышают значений, указанных в таблице 5 для конкретной модификации комплекса.

Таблица 5

Модификация комплекса	Энергетическое разрешение по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника, расположенного на 9 полке от поверхности детектора, кэВ, не более
Альфа ПАК-300	16
Альфа ПАК-450	20
Альфа ПАК-600	25
Альфа ПАК-900	30
Альфа ПАК-1200	35

В противном случае комплекс признается непригодным к применению.

10.2 Проверка диапазона энергий регистрируемого альфа-излучения и определение пределов допускаемой относительной погрешности характеристики преобразования (интегральной нелинейности)

Измерение интегральной нелинейности (ИНЛ) спектрометрического тракта или пределов допускаемой относительной погрешности характеристики преобразования одновременно является проверкой рабочего диапазона энергий регистрируемого излучения.

Для измерений используется спектрометрический источник альфа-излучения на основе радионуклидов $^{233}\text{U}+^{238}\text{Pu}+^{239}\text{Pu}$, который следует установить в ИК на 3 полку от поверхности детектора.

Проводится набор спектра в интервале времени от 10 до 30 мин. При этом число отсчетов в максимуме каждого интенсивного пика должно быть не менее $2 \cdot 10^3$.

ИНЛ рассчитывается ПО AlphaPRO по следующей формуле:

$$\text{ИНЛ} = \frac{\Delta E_1^{\max}}{E_{\max}} \cdot 100 \% , \quad (10.3)$$

где ΔE_1^{\max} – наибольшее отклонение от прямой линии, описывающей характеристику преобразования комплекса, кэВ; E_{\max} – верхнее значение энергии из измеряемого диапазона энергий, для комплексов Альфа ПАК составляет 8000 кэВ.

Результаты поверки по определению интегральной нелинейности считаются положительными, если значение интегральной нелинейности в диапазоне регистрируемых энергий альфа излучения находится в пределах $\pm 0,1$ % для всех модификаций комплекса.

В противном случае комплекс признается непригодным к применению.

10.3 Определение эффективности регистрации по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника, расположенного на 3 полке от поверхности детектора

Для измерений используется поверенный спектрометрический источник альфа-излучения на основе радионуклида ^{241}Am или ^{238}Pu , который устанавливается в ИК на 3 полку от поверхности детектора.

Проводится набор спектра в интервале времени от 10 до 30 мин. При этом число отсчетов в максимуме интенсивного пика должно быть не менее $5 \cdot 10^3$. Активность источника выбирается такой, чтобы статистическая загрузка комплекса была не более 1000 имп/с.

Рассчитывается эффективность регистрации по формуле:

$$\varepsilon = \frac{\bar{n}}{A \cdot \eta}, \quad (10.4)$$

где \bar{n} – среднее значение скорости счета импульсов в пике, соответствующем альфа-излучению радионуклидов источника, с^{-1} ; A – активность радионуклидов источника на дату поверки, Бк, η – квантовый выход.

Результаты поверки по определению эффективности регистрации по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника, расположенного на 3 полке от поверхности детектора, считаются положительными, если значение эффективности регистрации по линии радионуклида ^{238}Pu или ^{241}Am не ниже значений, представленных в таблице 6.

Таблица 6

Модификация комплекса	Эффективность регистрации по линии радионуклидов ^{238}Pu или ^{241}Am с энергией 5.5 МэВ для тонкослойного источника, расположенного на 3 полке от поверхности детектора, $\text{с}^{-1} \cdot \text{Бк}^{-1}$, не менее
Альфа ПАК-300	0,10
Альфа ПАК-450	0,10
Альфа ПАК-600	0,15
Альфа ПАК-900	0,20
Альфа ПАК-1200	0,20

В противном случае комплекс признается непригодным к применению.

10.4 Проверка диапазона измерений активности радионуклидов и определение пределов допускаемой относительной погрешности измерений активности радионуклидов

Для измерений используется поверенный в качестве рабочего эталона 2 разряда (или выше) спектрометрический источник альфа-излучения на основе радионуклида ^{241}Am или ^{238}Pu , который следует установить в ИК на 3 полку от поверхности детектора. Провести набор спектра в интервале времени от 10 до 30 мин. При этом число отсчетов в максимуме каждого интенсивного пика должно быть не менее $2 \cdot 10^3$. Рассчитывается среднее значение скорости счета импульсов \bar{n} по формуле:

$$\bar{n} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k n_i, \quad (10.5)$$

где n_i – i -ое значение скорости счета импульсов в пике, соответствующем альфа-излучению радионуклидов источника, с^{-1} .

Рассчитывается относительное СКО среднего арифметического скорости счета импульсов $S_{\bar{x}}$, %, по формуле:

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k (n_i - \bar{n})^2}{k(k-1)}} \cdot \frac{100\%}{\bar{n}} \quad (10.6)$$

Рассчитывается среднее квадратическое отклонение НСП S_{Θ} , %, по формуле:

$$S_{\theta} = \frac{\theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}}, \quad (10.7)$$

где θ_{Σ} – граница неисключенной систематической погрешности (НСП) оценки активности радионуклидов:

$$\theta_{\Sigma} = \delta, \quad (10.8)$$

где δ – границы относительной погрешности измерений активности радионуклидов эталонного источника, %.

Рассчитываются доверительные границы случайной погрешности оценки активности радионуклидов ε , %, определяемые по формуле:

$$\varepsilon = t \cdot S_{\bar{x}}, \quad (10.9)$$

где t – коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности $P = 0,95$ и числе результатов измерений k .

Рассчитывается коэффициент K :

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma}}{S_{\bar{x}} + S_{\theta}} \quad (10.10)$$

Значение границ относительной погрешности измерений активности радионуклидов δ , %, рассчитывается по формуле:

$$\delta = K \sqrt{S_{\bar{x}}^2 + S_{\theta}^2} \quad (10.11)$$

Результаты поверки по проверке диапазона измерений активности радионуклидов и определению пределов допускаемой относительной погрешности измерений активности радионуклидов считаются положительными, если значение границ относительной погрешности измерений активности радионуклидов находится в пределах ± 30 %.

В противном случае комплекс признается непригодным к применению.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Комплекс признается годным, если в ходе поверки все результаты положительные.

11.2 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 При положительных результатах поверки по заявлению владельца комплекса или лица, предъявившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке, и (или) в паспорт комплекса вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки.

11.4 Комплекс, имеющий отрицательные результаты поверки в обращение не допускается и по заявлению владельца комплекса или лица, предъявившего его на поверку, на него выдается извещение о непригодности к применению с указанием причин забракования.

И.о. начальника НИО-4
ФГУП «ВНИИФТРИ»



О.И. Коваленко

И.о. начальника лаборатории № 420



Н.Г. Тонких