

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП «ВНИИМ
им. Д. И. Менделеева»

К. В. Гоголинский
М.п. _____ 29 апреля 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

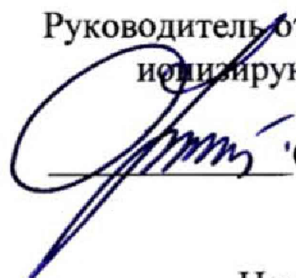
РАДИОМЕТРЫ ПРОТОЧНЫЕ ДЛЯ ВЭЖХ

FLOW-RAM


Методика поверки

МП 2101-001-2017

Руководитель отдела измерений
ионизирующих излучений


С. Г. Трофимчук

Научный сотрудник


Т. И. Шильникова

Санкт-Петербург
2017

Настоящая методика поверки распространяется на радиометры проточные для ВЭЖХ Flow-RAM (далее по тексту – радиометры Flow-RAM), предназначенные для измерения относительного изменения активности в потоке жидкости (элюата) при регистрации гамма- и бета-излучения радионуклидов меченых соединений, а также для измерения активности радионуклидов в компонентах разделяемой смеси (при наличии градуировок в соответствии с аттестованными методиками измерений), и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

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

Интервал между поверками – 2 года.

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:			
Проверка работоспособности	7.2.1	Да	Да
Проверка соответствия ПО	7.2.2	Да	Да
Уровень фона	7.3.1	Да	Да
Чувствительность детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ с радионуклидами ^{137}Cs ,* ^{241}Am **	7.3.2	Да	Да
Чувствительность детектора при регистрации бета-излучения источника типа ICO ***	7.3.3	Да	Да
Оформление результатов поверки	8	Да	Да
* - для детекторов PN-FXX-03, PN-FXX-04, PN-FXX-14 ** - для детектора PN-FXX-02 *** - для детектора PN-FXX-06			

Операции поверки проводятся для каждого детектора, которыми укомплектован поверяемый радиометр. На основании письменного заявления заказчика допускается 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 быть применены средства измерения и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 2.

2.2 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке или сертификат калибровки.

2.3 Допускается применение других измерительных средств, аналогичных по точности, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики	Наименование средств поверки и вспомогательного оборудования	Технические характеристики
7.3.2, 7.3.3	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда по ГОСТ 8.033-96 - Источники фотонного излучения радионуклидные спектрометрические закрытые эталонные типа ОСГИ с радионуклидами ^{137}Cs , ^{241}Am Рабочий эталон не ниже 2-го разряда по ГОСТ 8.033-96 - Источники бета-излучения закрытые с радионуклидами $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ типа I CO.	Активность от $1 \cdot 10^2$ до $1 \cdot 10^6$ Бк, погрешность не более $\pm 6\%$.
5	Термометр	Диапазон – (0 – +40) °С, Цена деления 1°С
5	Барометр-анероид	Диапазон – (80 – 106) кПа, Погрешность измерения 3%
5	Психрометр аспирационный	Диапазон измерения относительной влажности воздуха (10 – 100) %, Погрешность измерения 5%

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ.

К проведению поверки допускаются лица, прошедшие специальную подготовку и аттестованные в качестве поверителей радиометрических средств измерений.

4 ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности следующих документов:

- Нормы радиационной безопасности - НРБ-99/2009;
- Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010;
- Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок ПОТ РМ-016-2001 (РД 153-34.0-03.150-00).

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 $(101,3 \pm 4) \text{ кПа}$;

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

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

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

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

внешний осмотр согласно п. 7.1;

опробование согласно п. 7.2;

определение метрологических характеристик согласно п. 7.3

7.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие маркировок на блоках и устройствах, входящих в состав радиометра Flow-RAM;
- надежность закрепления блоков и устройств на штатных местах;
- отсутствие механических повреждений и дефектов на блоках и устройствах поверяемого радиометра Flow-RAM, которые могут повлиять на его работоспособность.

7.2 Опробование

7.2.1 Выполнить в соответствии с руководством по эксплуатации проверку работоспособности радиометра Flow-RAM.

7.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

7.2.2.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО) радиометра Flow-RAM 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
Идентификационное наименование ПО	Laura (laura.exe)
Номер версии (идентификационный номер) ПО	5.0.2 ¹⁾
Цифровой идентификатор ПО (по MD5)	2683b62c5cca73ffc7e4d8cc93ad40e3 ²⁾

¹⁾ Номер версии не ниже указанного в таблице

²⁾ Контрольная сумма файла относится к текущей версии программного обеспечения

7.2.2.2 Для проверки наличия и соответствия идентификационного наименования программного модуля ПО «Laura» убедиться в наличии файла программы «laura.exe» в каталоге C:\Program Files \ Laura

7.2.2.3 Для определения версии файла необходимо в диалоговом окне активировать в меню вкладку Help, затем вкладку Info. В открывшемся окне будут отображены наименование и версия программы (рис.1). Отображенный номер версии должен быть не ниже указанного в описании типа.



Рис.1 Отображения версии исполняемых файлов

7.2.2.4 Вычисление цифрового идентификатора выполняется посредством подсчета контрольной суммы по методу MD5 с помощью внешней программы стороннего разработчика. Контрольная сумма исполняемого файла вычисляется по алгоритму MD5 при помощи программы MD5 File Checker (либо аналогичной). Для определения контрольной суммы файла необходимо запустить программу «MD5 File Checker» выбрать необходимый файл и нажать кнопку «Рассчитать».

7.2.2.5 Определенные при первичной поверке номер версии и цифровой идентификатор заносят в свидетельство о первичной поверке. Соответствие при периодической поверке подтверждается сравнением номера версии и вычисленного цифрового идентификатора с указанными значениями в «Свидетельстве о первичной поверке».

7.3 Определение метрологических характеристик.

7.3.1 Проверка уровня фона

7.3.1.1 Включить прибор, запустить на персональном компьютере программу Laura, 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 При первичной поверке занести данные в свидетельство о поверке. При периодической поверке результаты поверки по п. 7.3.1 считаются удовлетворительными, если фон не превышает значение, полученное при предыдущей поверке, более чем на 15 %.

7.3.2 Определение чувствительности детектора при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ с радионуклидом ^{137}Cs (для детекторов PN-FXX-03, PN-FXX-04, PN-FXX-14), с радионуклидом ^{241}Am (для детектора PN-FXX-02) и при регистрации бета-излучения источника типа ICO (для детектора PN-FXX-06).

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

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 удовлетворительными, 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 с радионуклидом ^{137}Cs , $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$; – детектор PN-FXX-03 – детектор PN-FXX-04 – детектор PN-FXX-14	0,03 0,15 0,15
Чувствительность детектора PN-FXX-02 при регистрации гамма-излучения источника типа ОСГИ с радионуклидом ^{241}Am , $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$	0,10
Чувствительность детектора PN-FXX-06 при регистрации бета-излучения источника типа ICO, $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$	0,40

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Все результаты заносятся в протокол поверки. Рекомендуемая 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)

Протокол поверки № _____

Поверяемый прибор: радиометр проточный для ВЭЖХ Flow-RAM

№ _____, (заводской номер)

выпущенный (отремонтированный) _____ (дата выпуска или ремонта)

_____, (предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

принадлежащий _____ (наименование организации)

2 Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____ °С;

Атмосферное давление _____ кПа;

Относительная влажность _____ %;

Внешний фон гамма-излучения _____ мкЗв/ч.

Использовались эталоны ____ разряда по ГОСТ 8.033-96 источники фотонного излучения радионуклидные спектрометрические закрытые эталонные ОСГИ-3, источники бета-излучения закрытые с радионуклидами стронций-90+иттрий-90 типа 1СО (*ненужное зачеркнуть*):

<i>№ источника</i>	<i>Активность, кБк</i>	<i>Погрешность аттестации, %</i>	<i>Дата поверки</i>

Вспомогательные СИ

<i>Наименование</i>	<i>Тип</i>	<i>Зав. номер</i>	<i>Дата поверки</i>
Термометр			
Психрометр аспирационный			
Барометр-анероид			
Дозиметр			

1. Внешний осмотр: _____

2. Опробование

<i>Детектор</i>	<i>Работоспособность</i>

Соответствие ПО:

Идентификационное наименование
программного модуля ПО:

Номер версии ПО:

Контрольная сумма

2.

Фон, с ⁻¹

3.

Радионуклид	Чувствительность, Бк ⁻¹ ·с ⁻¹

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

Выдано свидетельство о поверке № (извещение о непригодности №)

Дата поверки:

Поверитель