
**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«НТЦ АМПЛИТУДА»**

**СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЙ БЕТА-СПЕКТРОМЕТР
С ПРОГРАММНЫМ ОБЕСПЕЧЕНИЕМ «ПРОГРЕСС».
МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДОВ**

№ 40152.4Д362/01.00294-2010
от 30 мая 2014 г.

Москва
2014



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ
И РАДИОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ
ФГУП ВНИИФТРИ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики радиационного контроля
№ 40152.4Д362/01.00294-2010

Методика измерения активности бета-излучающих радионуклидов в различных счетных образцах, разработанная «НТЦ Амплитуда» и изложенная в документе «Сцинтилляционный бета-спектрометр с программным обеспечением «ПРОГРЕСС». Методика измерения активности радионуклидов», аттестована в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.594.

Методика основана на применении бета-спектрометрической установки МКС-01А «МУЛЬТИРАД», аттестованной (отградуированной) при выпуске с помощью эталонных мер активности по чувствительности для оговоренного набора радионуклидов в определенной геометрии измерений. Методика регламентирует требования и правила приготовления счетных образцов, подготовки аппаратуры, проведения измерений и обработки полученных результатов. В методике приведены рекомендации по интерпретации результатов измерений для задач радиационного контроля.

Диапазон измерений активности радионуклидов в счетных образцах по данной методике составляет от 0,1 до 6×10^4 Бк. Неопределенность измерений ($P=0,95$) оценивается для каждого измерения с учетом характеристик спектрометра и условий измерения и составляет: (0,1÷0,7) Бк – на нижней границе диапазона измерений и (10÷15) % - на верхней границе диапазона измерений.

Аттестация методики проведена по результатам метрологической экспертизы материалов по ее разработке и экспериментальной проверки.

Дата аттестации: 30 мая 2014 г.

Руководитель экспертного органа, д.т.н.



В. П. Ярына

С N0001719

СВЕДЕНИЯ О РАЗРАБОТКЕ

РАЗРАБОТАНА

Общество с ограниченной ответственностью
ООО «НТЦ Амплитуда»
124460, г. Москва, Зеленоград,
проспект Генерала Алексеева, д. 15
тел. (495) 777-13 -59
факс (495) 777-13 -58

Генеральный директор

Ермилов Сергей Алексеевич

Авторский коллектив

к.т.н. Антропов С.Ю., к.т.н. Ермилов А.П., Ермилов С.А.,
к.т.н. Комаров Н.А., к.ф-м.н. Коростин С.В.

Методика аттестована ФГУП «ВНИИФТРИ»

Свидетельство № 40152.4Д362/01.00294 от 30 мая 2014 г

Зарегистрирована в ФИФ по ОЕИ № _____

Предисловие

Энергетический спектр бета-частиц, излучаемых ядрами атомов при радиоактивном распаде, является непрерывным. Выделение на аппаратном спектре бета-излучения пиков или каких-либо других особенностей, связанных с излучением отдельных радионуклидов, в принципе невозможно. Это исключает возможность применения спектрометрии в классическом её понимании для обработки спектров бета-излучения.

Однако задача разделения аппаратного спектра бета-излучения смесей ограниченного количества радионуклидов (2-3 радионуклида) успешно решается в ряде практических случаев. Так, для измерения активности радионуклида ^{90}Y на фоне излучения радионуклида ^{40}K в продуктах питания и других пробах биологического происхождения используются спектрометры бета-излучения, в которых разделение спектра на составляющие, соответствующие излучению ^{90}Y и ^{40}K выполняет программное обеспечение.

Использование спектрометра совместно со специализированным программным обеспечением позволяет повысить точность решения и классической радиометрической задачи – измерения активности источника, радионуклидный состав которого может быть охарактеризован значением активности только одного материнского радионуклида. Это измерение активности ^{90}Sr , ^{90}Y и др. после их радиохимического выделения, измерение суммарной бета-активности или активности мононуклидных источников и растворов радиофармпрепаратов. Использование спектрометра для решения этих задач позволяет улучшить стабильность работы оборудования за счет слежения за дрейфом коэффициента усиления по контрольному источнику (энергетической калибровки) и оптимизировать диапазон энергий регистрируемого бета-излучения для получения наилучшего соотношения полезного сигнала и фона.

Настоящая методика содержит инструкции для оператора сцинтилляционного бета-спектрометра, входящего в состав спектрометрических комплексов МКС-01А «Мультирад» и других, обработка спектров в которых проводится при помощи программного обеспечения «Прогресс».

Описанные в методике режимы измерения и алгоритмы обработки спектра реализованы в штатной комплектации программного обеспечения вышеперечисленных комплексов. Программное обеспечение выводит в отчеты непосредственно значение измеряемой величины. Однако работа со спектрометром помимо измерения активности включает в себя ряд сервисных процедур, выполнение которых регламентируется настоящей методикой.

Методика включает в себя описание процедур контроля сохранности метрологических характеристик установки, подготовки к измерениям и выполнения измерений, а также процедур, рекомендованных для включения в систему обеспечения качества измерений.

Приведенное в методике описание метода обработки спектра является справочным и не претендует на полноту, достаточную для экспертизы или повторной реализации метода. Методика также не содержит инструкций по градуировке установки. Предполагается, что экспертиза алгоритмов обработки спектра проводится на этапе государственных испытаний средства измерений, а градуировка выполняется производителем оборудования или уполномоченными организациями.

Методика не может быть применена на установках, комплектность или технические характеристики которых не соответствуют требованиям ТУ на вышеуказанные комплексы, а также на установках, самостоятельно модифицированных пользователем посредством замены или дополнения программного обеспечения модулями, не прошедшими государственные испытания совместно с установкой.

Полученные в результате применения данной методики результаты являются характеристиками только той части исследуемого объекта, которая была представлена в счетном образце при измерениях. Вопросы переноса результата измерения на весь исследуемый объект или партию продукции являются предметом соответствующего метода радиационного или технологического контроля и в настоящем документе не рассматриваются.

Методика измерений может быть использована для оценки соответствия требованиям, установленным техническими регламентами и национальными стандартами:

- 1 Технический регламент таможенного союза ТР ТС 015/2011 «О безопасности зерна»;
- 2 Технический регламент таможенного союза ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»;
- 3 Федеральный закон от 27 октября 2008 г. N 178-ФЗ «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей»;
- 4 Федеральный закон от 24 июня 2008 г. N 90-ФЗ «Технический регламент на масложировую продукцию»;
- 5 Федеральный закон от 12 июня 2008 г. N 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию» (с изменениями от 22 июля 2010 г.);
- 6 ГОСТ Р 54017-2010 Продукты пищевые. Метод определения содержания стронция Sr-90;
- 7 ГОСТ Р 53398-2009 Удобрения органические. Методы определения удельной активности техногенных радионуклидов;
- 8 ГОСТ Р 50801-95 Древесное сырье, лесоматериалы. Полуфабрикаты и изделия из древесины и древесных материалов. Допустимая удельная активность радионуклидов, отбор проб и методы измерения удельной активности радионуклидов.
9. ГОСТ Р 52304-2005 Меласса свекловичная. Технические условия.

Содержание

Введение	6
1 Область применения	6
2 Нормативные ссылки	6
3 Термины и определения	7
4 Условные обозначения и сокращения	9
5 Метод измерений	9
6 Показатели точности измерения	11
7 Средства измерений и вспомогательные устройства	12
8 Условия выполнения измерений	14
9 Требования к квалификации оператора	14
10 Требования безопасности, охраны окружающей среды	15
11 Порядок выполнения измерений	15
11.1 Подготовка счетного образца к измерениям	15
11.2 Подготовка СИ к измерениям	16
11.3 Измерение активности радионуклидов в счетном образце	16
12 Обработка результатов измерений	17
13 Оформление результатов измерений	18
14 Контроль точности результатов измерений	19
Приложение А (<i>Справочное</i>) Метод обработки спектра и модель расчета неопределенности	21
Приложение Б (<i>Обязательное</i>) Энергетическая калибровка	26
Приложение В (<i>Обязательное</i>) Измерение фонового спектра	28
Приложение Г (<i>Обязательное</i>) Подготовка счетного образца к измерению	29
Приложение Д (<i>Справочное</i>) Пример отчета с результатами измерения удельной активности радионуклида ^{90}Sr	30
Приложение Е (<i>Справочное</i>) Рекомендации по использованию результатов измерения	33
Приложение Ж (<i>Справочное</i>) Процедуры, рекомендованные для включения в систему обеспечения качества измерений	34
Приложение З (<i>Справочное</i>) Предел детектирования и минимальная измеряемая активность	38

Введение

Настоящий документ «Сцинтилляционный бета-спектрометр с программным обеспечением “Прогресс”. Методика измерения активности радионуклидов» устанавливает требования к содержанию и выполнению работ при определении активности и удельной активности бета-излучающих радионуклидов в счетных образцах массой от 0.1 до 20 г, суммарная бета-активность которых находится в пределах от 0 до $6 \cdot 10^4$ Бк.

Диапазон измерений - от 0.1 до $6 \cdot 10^4$ Бк.

Неопределенность оценивается для каждого измерения с учетом характеристик конкретного средства измерения и составляет:

0.1 ÷ 0.7 Бк - на нижней границе диапазона значений измеряемой величины;

10 ÷ 15 % - на верхней границе диапазона значений измеряемой величины.

1 Область применения

Методика может быть использована для измерений:

- активности находящихся в состоянии радиоактивного равновесия радионуклидов ^{90}Sr и ^{90}Y в образцах биологического происхождения без их радиохимического выделения;
- активности источников бета-излучения известного радионуклидного состава и удельной активности радиофармпрепаратов или образцов, приготовленных из них;
- активности бета-излучающих радионуклидов в образцах, полученных методом химического выделения из проб биологического происхождения, объектов внешней среды, воды и технологических сред при наличии соответствующей методики выделения;
- суммарной бета-активности на фильтрах, в мазках, образцах внешней среды и технологических сред и в образцах, полученных методами выпаривания или соосаждения из проб воды.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике учтены рекомендации следующих документов:

1. ГОСТ Р 8.594-2002 ГСИ. Метрологическое обеспечение радиационного контроля. Основные положения;
2. ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий;
3. ГОСТ Р 54500.3-2011 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения;
4. РМГ 78-2005 ГСИ. Излучения ионизирующие и их измерения. Термины и определения;
5. МИ 2453-2000 Методики радиационного контроля. Общие требования;
6. СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010);
7. СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009).

3 Термины и определения

В методике использована следующая система понятий, связанная с измерениями:

3.1 измеряемая величина: Величина, подлежащая измерению. В контексте настоящего документа активность, удельная активность, объемная активность, суммарная бета-активность или удельная суммарная бета активность.

3.2 истинное значение (измеряемой величины): значение, соответствующее определению измеряемой величины.

3.3 результат измерения: множество значений, приписываемых измеряемой величине вместе с указанием показателя точности, на основании которых в дальнейшем дается заключение о состоянии исследуемого объекта:

- первичный результат измерения : значение величины и неопределенности измерения, полученные непосредственно от СИ в результате одного измерения (наблюдения);
- средний результат измерения : значение величины и неопределенности измерения, полученные усреднением нескольких первичных результатов измерения;
- физически корректный (цензурированный) результат измерения : значение величины и неопределенности измерения, полученные на основании первичного или среднего результата измерения и априорной информации о неотрицательности активности в счетном образце.

Примечание – первичный результат измерения получается как следствие наблюдаемой разницы между скоростью счета от образца и фоновой скоростью счета, и, как следствие этого, может содержать отрицательное значение измеряемой величины. То же самое касается и среднего результата измерения. Значение, приписываемое измеряемой величине, в цензурированном результате не может быть отрицательным.

3.4 измеренное значение (измеряемой величины): значение величины с указанием неопределенности измерения, используемое для представления результата измерения согласно цели проводимого исследования.

Для обозначения физических величин в методике используются термины, определения которых соответствуют РМГ 78-2005:

3.5 активность радионуклида A [РМГ 78-2005]: Отношение числа спонтанных ядерных переходов dN из определенного энергетического состояния ядра радионуклида в источнике за интервал времени dt к этому интервалу.

$$A = \frac{dN}{dt}$$

3.6 удельная активность радионуклида Q [РМГ 78-2005]: Отношение активности радионуклида в источнике A к массе источника m .

$$Q = \frac{A}{m}$$

3.7 3.7 суммарная бета-активность: операционная величина, используемая при радиационном контроле и определенная в соответствующей методике радиационного контроля.

Для описания процедур подготовки счетного образца и выполнения измерений в методике используются следующие понятия:

3.8 проба: Отобранная по установленной методике и доставленная в лабораторию часть вещества исследуемого объекта, предназначенная для определения её радиационных параметров.

3.9 радионуклидный состав: Перечень радионуклидов, присутствующих в исследуемом объекте в количествах, значимых с точки зрения целей проводимого исследования.

3.10 образец биологического происхождения: Образец животного или растительного происхождения, радионуклидный состав которого ограничен ^{40}K , $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ и ^{137}Cs . Образцами биологического происхождения являются пищевые продукты растительного и животного происхождения, древесина, корма биологического происхождения, морепродукты (за исключением криля), травы и т.п.

3.11 счетный образец: Образец, приготовленный из пробы в соответствии с методикой, обеспечивающей переход известной доли активности каждого радионуклида из пробы в счетный образец и соответствующий требованиям одной из геометрий измерения.

3.12 коэффициент концентрирования радионуклида: Отношение удельной активности радионуклида в счетном образце к удельной активности этого радионуклида в веществе пробы.

3.13 физическое концентрирование: Метод приготовления счётных образцов из вещества пробы, обеспечивающий одинаковое значение коэффициента концентрирования для всех радионуклидов радионуклидного состава.

3.14 химическое выделение: Метод приготовления счётных образцов из вещества пробы с применением определённых химических процедур, в результате которых значения коэффициента концентрирования различных радионуклидов оказываются различными.

3.15 геометрия измерения: Набор требований к форме, размерам, материалу и плотности счетного образца, а также к его расположению относительно блока детектирования, соблюдение которых гарантирует постоянство коэффициента преобразования радиометрической установки с точностью до предела погрешности коэффициента преобразования радиометрической установки δK^{max} .

3.16 режим радиометрического измерения: Режим измерения активности какого-либо радионуклида или суммарной бета активности, в предположении того, что аппаратный спектр образован фоновым излучением и излучением только одного радионуклида. В

этом режиме определяется первичный результат измерения только для одного единственного радионуклида.

3.17 режим спектрометрического измерения $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$: Режим измерения активности $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ в образцах биологического происхождения в предположении того, что аппаратный спектр образован фоновым излучением и излучением ^{40}K , ^{137}Cs , а также находящимися в состоянии радиоактивного равновесия радионуклидами ^{90}Sr и ^{90}Y . В этом режиме помимо значений активности и неопределенности $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ определяются также первичные результаты измерения для ^{40}K и ^{137}Cs .

3.18 режим учета ^{40}K : Режим спектрометрического измерения $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ с известными заранее значениями активности ^{40}K и её неопределенности. Значение активности ^{40}K может быть получено в результате исследований материала пробы на гамма-спектрометре. Использование дополнительной информации о содержании ^{40}K позволяет повысить точность измерения $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$.

Примечание – В случаях выполнения специальных калибровок и настроек программного обеспечения, отличающихся от перечисленных режимов, их описание должно быть оформлено в виде приложения к настоящей методике или к свидетельству о калибровке.

4 Условные обозначения и сокращения

ЕРН - естественные радионуклиды;

МИ – методика измерений;

СИ – средство измерений;

МИА – минимальная измеряемая активность;

ПЗУ – постоянное запоминающее устройство;

ПК – персональный компьютер;

СБД – сцинтилляционный блок детектирования бета-излучения;

ПО – программное обеспечение;

$^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ – радионуклид ^{90}Sr , находящийся в состоянии радиоактивного равновесия с дочерним ^{90}Y .

Список обозначений, использованных в формулах и выражениях методики, приведен в таблице А.1 приложения А.

5 Метод измерения

5.1 Метод измерения активности (удельной активности) основан на регистрации аппаратного спектра сцинтилляционным детектором бета-излучения, с последующей обработкой при помощи специализированного программного обеспечения. Расчет измеряемой величины и неопределенности измерения проводится программным обеспечением в соответствии с алгоритмом, описанным в приложении А.

Аппаратурный спектр бета-излучения, регистрируемый детектором, является суммой независимых вкладов, обусловленных фоновым излучением и излучением всех радионуклидов, присутствующих в счетном образце.

$$s(E) \cdot K_{\tau} = s_{bg}(E) + k_{bg}(E) + \sum_{l=1}^{l_{max}} A_l \cdot p_l(E) \cdot f_{g,l} + k_{nuc}(E) \quad (5.1)$$

Где: $s(E)$ и $s_{bg}(E)$ – аппаратурный спектр бета-излучения, имп/(с·кэВ), зарегистрированный детектором при измерении соответственно счетного образца и фона;

$p_l(E)$ – функция чувствительности детектора к излучению радионуклида l , имп/(с·кэВ·Бк);

A_l – активность радионуклида l ;

$k_{bg}(E)$ – поправочная функция, отражающая эффект возмущения фонового спектра счетным образцом;

$k_{nuc}(E)$ – добавка к аппаратурному спектру от излучения радионуклидов, фактически присутствующих в счетном образце, но не входящих в предполагаемый радионуклидный состав счетном образце;

K_{τ} – поправка на точность учета мертвого времени;

$f_{g,l}$ – геометрический фактор для радионуклида l в геометрии g .

Для расчета значения активности A_l в рабочем диапазоне энергий выделяют m_{max} энергетических интервалов ($m_{max} \geq l_{max}$), на каждом из которых проводят интегрирование уравнения (5.1). В результате получают систему m_{max} уравнений:

$$S_m \cdot K_{\tau} = S_{bg,m} + K_{bg,m} + \sum_{l=1}^{l_{max}} A_l \cdot P_{l,m} \cdot f_{g,l} + K_{nuc,m} \quad m = 1 \dots m_{max} \quad (5.2)$$

где коэффициенты S_m , $S_{bg,m}$, $K_{bg,m}$, $P_{l,m}$, $K_{nuc,m}$ представляют собой интеграл по энергии в пределах интервала m соответственно от функций $s(E)$, $s_{bg}(E)$, $k_{bg}(E)$, $p_l(E)$, $k_{nuc}(E)$.

5.2 Чувствительность детектора $P_{l,m}$ к излучению радионуклида l на интервале m определяют на основании спектров от эталонных источников, которые заносятся в конфигурационные данные спектрометра при калибровке установки. При этом используются источники, прошедшие процедуру метрологической поверки, что обеспечивает прослеживаемость передачи единицы измерения от государственного эталона активности.

Проверка сохранности метрологических характеристик установки проводится периодически в ходе метрологической поверки с использованием независимых средств поверки, а также при периодическом контроле точности измерений в лаборатории согласно пп. 11.2 и 15 с использованием входящих в состав установки средств контроля.

5.3 Количество неизвестных величин, определяемых при решении системы уравнений 5.2, зависит от используемого режима измерений:

В режиме радиометрического измерения определяется значение активности одного единственного радионуклида. Энергетические интервалы, в пределах которых проводится интегрирование уравнения 5.1, располагаются непрерывно в диапазоне энергий от 200 до 3000 кэВ.

В режиме спектрометрического измерения $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ определяются значения активности радионуклидов ^{137}Cs , $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ и ^{40}K . Энергетические интервалы располагаются непрерывно (верхняя граница одного интервала является нижней границей другого) в диапазоне энергий от 450 до 3000 кэВ.

В режиме учета ^{40}K определяются значения активности $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ и ^{137}Cs . Значение активности ^{40}K , определенное по результатам гамма-спектрометрии используется в системе уравнений 5.2 в качестве входной величины. Энергетические интервалы располагаются непрерывно в диапазоне энергий от 450 до 3000 кэВ. Значение активности ^{137}Cs в отчет не выводится.

В случаях выполнения специальных калибровок и настроек программного обеспечения, отличающихся от перечисленных режимов, их описание должно быть оформлено в виде приложения к настоящей методике или к свидетельству о калибровке с указанием входных и выходных величин в системе уравнений 5.2 и диапазона энергии бета-излучения в котором проводится обработка спектра.

5.4 При оценке неопределенности результатов измерения (приложение А) учитываются следующие составляющие:

- неопределенность скорости счета импульсов в спектре счетного образца и в фоновом спектре;
- неопределенность калибровочных коэффициентов, связанная с неопределенностью паспортных данных использованных при калибровке мер активности и статистической неопределенностью скорости счета импульсов в спектрах калибровочных источников;
- неопределенность геометрического фактора и других поправок, перечисленных в приложении А.

При измерениях нативных проб или счетных образцов, приготовленных методом физического концентрирования вкладом методики подготовки проб (включая точность взвешивания) в неопределенность результата измерения можно пренебречь.

При измерениях счетных образцов полученных методом химического выделения вклад методики подготовки проб в неопределенность результата измерения может быть значимым. Его учет должен проводиться в соответствии с рекомендациями методики подготовки счетного образца.

6 Показатели точности измерения

6.1 Метод может применяться для измерений счетных образцов, суммарная бета активность которых (Бк) лежит в диапазоне от 0 до $2 \cdot S_{\text{max}}$,

где S_{max} – определенное в паспорте установки максимальное допустимое значение входной загрузки спектрометра, 1/с;

6.2 На нижней границе диапазона допускаемая расширенная неопределенность ($k=2$) измерения активности $U_0^{\text{max}}(A)$ за время измерения 1 час составляет:

- | | |
|--|---------|
| для суммарной бета-активности в режиме радиометрического измерения | 0,1 Бк; |
| для активности ^{90}Sr в режиме радиометрического измерения | 0,1 Бк; |
| для активности ^{90}Sr в режиме спектрометрического измерения | 0,7 Бк; |
| для активности ^{90}Sr в режиме учета ^{40}K | 0,4 Бк. |

Примечание - На нижней границе диапазона неопределенность измерения $U_0(R)$ определяется в основном статистическими флуктуациями фона.

7 Средства измерений и вспомогательные устройства

7.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений:

Таблица 2

Порядковый номер и наименование средств измерений	Обозначение и наименование документов, в соответствии с которыми выпускают средства измерений, вспомогательные устройства, материалы	Метрологические и технические характеристики
1 Установка спектрометрическая МКС-01А «МУЛЬТИРАД» Бета-спектрометрический тракт «МУЛЬТИРАД-бета» в составе:	ТУ 4362-006-18615825-2006	Диапазон измерений активности от 0,1 Бк до 10^6 Бк; Предел погрешности и др. характеристики в соответствии с табл. 3
Весы лабораторные электронные АЖ-СЕ/АЖН-СЕ: модификация АЖ-220СЕ модификация АЖ-420СЕ модификация АЖ-1200СЕ	Техническая документация фирмы «Shinko Denshi Co., Ltd», Япония.	НПВ 220 г; НмПВ ... 0,001 г [*] ; НПВ 420 г; НмПВ 0,01 г ^{**} ; НПВ 1200 г; НмПВ ... 0,5 г ^{***} .
<p>Примечания</p> <p>1 Допускается применение других спектрометрических комплексов бета-излучения, обработка спектров в которых проводится при помощи программного обеспечения «Прогресс»:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Комплекс спектрометрический для измерений активности альфа-, бета- и гамма-излучающих нуклидов «ПРГРЕСС», ФВКМ 412131.002 ТУ; - Комплекс универсальный спектрометрический УСК «ГАММА ПЛЮС», ТУ 4362-002-52654900-06; - Установка спектрометрическая СКС-99 «СПУТНИК», АЖНС.412154.003 ТУ. <p>2 [*]Для взвешивания счетных образцов, приготовленных из проб воды методами выпаривания или соосаждения, или других навесок, масса которых составляет (0,1 – 1) г, допускается использование весов с наименьшим пределом взвешивания, не более 0,001 г.</p> <p>^{**}Для взвешивания счетных образцов приготовленных из проб биологического происхождения или проб внешней среды, масса которых составляет (1 – 20) г, допускается использование весов с наименьшим пределом взвешивания, не более $\pm 0,01$ г.</p> <p>^{***}Для взвешивания проб или частей проб массой более 100 г допускается использование весов с наименьшим пределом взвешивания, не более ± 1 г.</p> <p>3 Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств и материалов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.</p>		

7.2 В состав установки спектрометрической МКС-01А «МУЛЬТИРАД» входят:

7.2.1 Блок детектирования

В качестве блока детектирования используется спектрометрический детектор бета-излучения с амплитудным анализатором импульсов, преобразующий поток бета-частиц в аппаратный спектр с характеристиками, приведенными в таблице 3:

Таблица 3

Название технической характеристики	Значение, единицы измерения
Диапазон регистрируемых энергий в спектрометрическом режиме: нижняя граница, не более верхняя граница, не менее	200 кэВ 3000 кэВ
Энергетическое разрешение по пику конверсионных электронов ^{137}Cs , не более	20 %
Максимальная входная нагрузка АЦП, не менее	30000 имп/с
Количество каналов АЦП, не менее	1024
Дифференциальная нелинейность, не более	1 %
Интегральная нелинейность, не более	5 %
Предел погрешности коэффициента преобразования радиометрической установки, не более	15 %



Рисунок 1 - Блок детектирования и устройство для экспонирования счетных образцов



1 –измерительная кювета;
2 – направляющее кольцо
3 – ручной пресс

Рисунок 2 - Измерительная кювета и устройство для уплотнения счетных образцов

7.2.2 Устройство для экспонирования счетных образцов (рисунок 1)

Устройство для экспонирования счетных образцов обеспечивает функции подачи измерительной кюветы под блок детектирования и защиты от внешнего фона гамма-излучения. Защита от внешнего фона обеспечивается свинцовым колодцем с толщиной сте-

нок 50 мм, в который помещается блок детектирования. Уровень внешнего фона в диапазоне энергий от 0,3 до 3 МэВ для детектора с кристаллом 70×10 мм в штатном положении внутри устройства для экспонирования не должен превышать 1,5 имп/сек.

Расстояние между счетным образцом и поверхностью входного окна блока детектирования при их расположении в устройстве для экспонирования не должно превышать 10 мм.

7.2.3 Измерительная кювета и устройство для уплотнения счетных образцов (рис. 2)

Приготовленный из пробы материал счетного образца помещается в измерительную кювету. Для уплотнения и выравнивания поверхности счетного образца используют устройство для уплотнения счетных образцов, представляющее собой направляющее кольцо, которое фиксируется на кювете, и ручной пресс.

7.2.4 Контрольный источник

Контрольный источник используется для выполнения энергетической калибровки и для контроля за сохранностью счетной характеристики установки.

В качестве контрольного источника используют точечный источник $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ с активностью от 1 до 3 кБк, нанесенный между двумя слоями полимерной пленки или источник ^{22}Na упакованный в пластиковый или алюминиевый конвертер, поглощающий позитронное излучение.

7.2.5 Процессорный блок с программным обеспечением «Прогресс» (или программное обеспечение, записанное в ПЗУ прибора СКС-99 «Спутник»), реализующим алгоритм обработки спектра.

7.2.6 Согласованный с программным обеспечением набор градуировочных данных и коэффициентов, определенных в процессе калибровки спектрометра.

7.3 Используемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке. Все процедуры, предусмотренные производителем СИ для контроля сохранности метрологических характеристик и поддержания СИ в работоспособном состоянии должны проводиться в соответствии с установленным для данного СИ регламентом.

8 Условия выполнения измерений

8.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать условия, регламентированные в эксплуатационной документации на применяемые средства измерений.

9 Требования к квалификации оператора

9.1 К выполнению измерений допускаются специалисты с квалификацией инженера-физика или техника (лаборанта).

9.2 К выполнению измерений допускаются специалисты:

- прошедшие инструктаж по работе с радиометрической и спектрометрической аппаратурой;
- знакомые с действующими правилами работы на электроустановках и правилами работы на ПК;
- прошедшие обязательное обучение практическому применению настоящей методики.

9.3 Оператор установки должен уметь запускать измерения в программе управления спектрометром во всех режимах, знать каким понятиям настоящей методики соответствуют поля ввода на формах программного обеспечения и то, какие величины выводятся программой в каждой форме отчетности программного обеспечения.

10 Требования безопасности, охраны окружающей среды

10.1 При выполнении измерений «активности» радионуклидов в исследуемых объектах необходимо соблюдать требования, изложенные в следующих документах:

- Нормы радиационной безопасности НРБ-99/2009;
- Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010;
- Инструкции по работе с источниками ионизирующих излучений на предприятии.

10.2 При подготовке к работе функциональных блоков спектрометра необходимо выполнять указания мер безопасности, изложенные в документации на эти блоки.

10.3 Перед включением спектрометра в сеть необходимо убедиться в наличии заземления.

10.4 Ремонт и замену функциональных блоков производить только после отключения этих блоков от сети питания.

11 Порядок выполнения измерений

11.1 Подготовка счетного образца к измерениям

11.1.1 Счетный образец готовят из вещества пробы в соответствии с требованиями одной из геометрий измерения, для которых проводилась градуировка установки.

Вещество счетного образца получают из вещества пробы посредством:

- прямого переноса части вещества пробы в измерительную кювету (нативные измерения);
- высушивания или озоления вещества пробы с последующим переносом части вещества полученного концентрата в измерительную кювету (физическое концентрирование);
- выделения предназначенной для анализа аликвоты из вещества пробы, с использованием химических процедур (химическое выделение).

11.1.2 Рекомендации по подготовке счетного образца методом физического концентрирования приведены в приложении Г. Допускается использование других методов подготовки счетного образца, формализованных в виде утвержденной в установленном порядке методики подготовки.

11.1.3 Список возможных геометрий измерения приводится в паспорте установки или в свидетельстве о ее калибровке (поверке).

11.2 Подготовка СИ к измерениям

11.2.1 Перед началом любых измерений используемые средства измерений (спектрометрический комплекс и весы) должны быть подготовлены к измерениям в соответствии с руководством по эксплуатации.

11.2.2 До выполнения измерений счетного образца должны быть проведены:

- контроль работоспособности бета-спектрометра;
- энергетическая калибровка бета-спектрометра;
- измерение спектра фонового излучения бета-спектрометра.

Контроль работоспособности и энергетическая калибровка бета-спектрометра проводятся посредством обработки спектра, регистрируемого установкой от контрольного источника. Описание процедуры энергетической калибровки приведено в приложении Б. Энергетическая калибровка должна быть проведена не ранее чем за 2 часа до измерения фонового спектра или спектра счетного образца.

Измерение фонового спектра проводится периодически, не реже 1 раза в неделю. Описание процедуры измерения фонового спектра приведено в приложении В.

11.3 Измерение активности радионуклидов в счетном образце

11.3.1 При выполнении измерений активности выполняют следующие операции:

11.3.1.1 В программном обеспечении выбирают задачу, соответствующую режиму измерений и вводят значения всех параметров, необходимых для обработки спектра в данном режиме. Обязательными для заполнения являются поля:

- код пробы, который используется для последующей идентификации результатов;
- геометрия измерений, указывающая программе на систему градуировочных коэффициентов, которые следует использовать для обработки спектра;
- масса счетного образца, значение которой необходимо для учета самопоглощения излучения счетным образцом и для установления связи между активностью и удельной активностью.

Значение массы счетного образца вводится с точностью, соответствующей точности взвешивания.

11.3.1.2 Устанавливают счетный образец в устройство для экспонирования счетных образцов.

11.3.1.3 Если на форме задачи предусмотрена установка времени измерения, то устанавливают время измерения равным (0,5 – 1) ч. Затем включают режим накопления спектра.

11.3.1.4 По окончании измерения считывают результат измерения с экрана. Спектр с результатами измерения сохраняют в журнале программы либо в виде файла на диске.

11.3.2 Неопределенность получаемых результатов зависит от времени экспозиции. Если точность полученного результата недостаточна, ее можно повысить за счет увеличения времени экспозиции. При этом требуемое время измерения можно оценить на основании того, что статистическая неопределенность измерения обратно пропорциональна квадратному корню из времени измерения

$$U(R) \sim \frac{1}{\sqrt{t_m}}$$

Для того чтобы уменьшить неопределенность в 2 раза время измерения следует увеличить в 4 раза.

Увеличение времени экспозиции более 4 часов, как правило, не имеет смысла, т.к. в этом случае точность начинает определяться уже временем измерения фоновых спектров, а возможный дрейф коэффициента усиления требует коррекции посредством энергетической калибровки.

11.3.3 В случае, если точность измерения оказалась недостаточной для целей исследования проводят одно или несколько повторных измерений счетного образца. После каждого измерения рассчитывают средний результат измерения согласно пункту 12.2. Если неопределенность среднего взвешенного значения удовлетворяет требованиям нормирования точности, то серию повторных измерений прекращают.

12 Обработка результатов измерений

12.1 Обработка результатов измерения состоит в:

- определении среднего результата измерения по проведенным измерениям;
- определении физически корректного (цензурированного) результата измерения;
- подготовке заключения о значении измеряемой величины.

Примечание - В том случае, если все измерения измеряемой величины проводились на одной радиометрической установке и были сохранены в рабочем журнале программы, программное обеспечение производит расчет среднего результата измерения автоматически при выводе протокола измерения из рабочего журнала.

12.2 Средний результат измерения определяют на основании результатов всех измерений. При этом:

Среднее взвешенное значение измеряемой величины рассчитывают как:

$$\bar{R} = \sum_i w_i \cdot R_i$$

а неопределенность среднего взвешенного значения как:

$$U(\bar{R}) = \sqrt{\sum_i (w_i \cdot U^{stat}(R_i))^2 + (\delta K^{max} \cdot \bar{R})^2}$$

где:

$$w_i = \frac{1/U^{stat}(R_i)^2}{\sum_i 1/U^{stat}(R_i)^2} - \text{взвешивающий множитель для } i\text{-го результата};$$

R_i – значение измеряемой величины, полученное в i -м измерении;

$U^{stat}(R_i)$ – статистическая составляющая неопределенности значения измеряемой величины, полученная в i -м измерении;

δK^{max} – предел погрешности коэффициента преобразования радиометрической установки (для комплекса “Мультирад” $\delta K^{max} = 0.1$).

12.3 Физически корректный (цензурированный) результат измерения получают из среднего результата посредством замены отрицательных значений измеряемой величины нулевыми.

“При $R < 0$ (что возможно при разностных измерениях из-за статистического разброса показаний СИ) принимается $R = 0$ ” [МИ-2453-2000].

12.4 Подготовка заключения о значении измеряемой величины состоит в определении нижней $R^<$ и верхней $R^>$ границ доверительного интервала, в который попадает истинное значение измеряемой величины.

$$R^< = \begin{cases} 0, & \text{если } \bar{R} - U(\bar{R}) < 0 \\ \bar{R} - U(\bar{R}), & \text{если } \bar{R} - U(\bar{R}) \geq 0 \end{cases}$$

$$R^> = \begin{cases} U(\bar{R}), & \text{если } \bar{R} < 0 \\ \bar{R} + U(\bar{R}), & \text{если } \bar{R} \geq 0 \end{cases}$$

Примечание - Указанный алгоритм расчета границ доверительного интервала и цензурированного результата соответствует рекомендациям МИ 2453-2000. При наличии соответствующих требований допускается использовать для этих целей рекомендации ISO 11929-2010.

13 Оформление результатов измерения

13.1 Результаты измерения оформляют в виде отчета, включающего в себя:

- информацию об исследуемом объекте;
- исходные данные о счетном образце, режиме измерения и обработки спектра;
- информацию об использованных средствах измерения;
- первичные результаты всех измерений данного счетного образца;
- средний результат измерения (в случае нескольких измерений счетного образца);
- физически корректный результат измерения и заключение о значении измеряемой величины.

Пример отчета с результатами измерения удельной активности радионуклида ^{90}Sr приведен в приложении Д.

13.2 Информация об исследуемом объекте должна содержать код, позволяющий однозначно идентифицировать исследуемый объект, а также дополнительную информацию, фиксация которой в отчете принята в лаборатории.

13.3 Исходные данные о счетном образце должны включать в себя название геометрии измерения, значение массы счетного образца, дату и время измерения, время экспозиции счетного образца. Если счетный образец готовился из пробы методами физического или химического концентрирования – значения коэффициентов концентрирования радионуклидов и других параметров, специфичных для метода подготовки счетного образца (массу исходной пробы, массу концентрата, химический выход носителя, время после выделения радионуклида и т.п.).

13.4 Информация о средствах измерения должна обеспечивать прослеживаемость передачи единиц активности от эталона к радиометрической установке с указанием даты проведения последней поверки (калибровки) и номера свидетельства.

13.5 Первичный, средний или цензурированный результат измерения приводят в табличной или текстовой форме с обязательным указанием полученного значения измеряемой величины, расширенной неопределенности измерения для $k=2$ и единиц измерения.

13.6 Заключение о значении измеряемой величины представляет собой указание интервала, в который с доверительной вероятностью 95% попадает истинное значение измеряемой величины. Доверительный интервал может быть задан либо в табличной форме с указанием нижней $R^<$ и верхней $R^>$ границы, либо в виде записи " $R \pm \Delta R$ ". В том случае, если значение нижней границы доверительного интервала получилось равным нулю, допускается указание доверительного интервала в виде "*менее $R^>$* ".

13.7 В зависимости от целей исследования помимо отчета об измерении могут оформляться другие формы отчетности – протокол исследований, заключение о соответствии и т.п. При включении в другие формы отчетности результатов измерения или заключения о значении измеряемой величины следует использовать формы представления результатов, определенные настоящей методикой. Записи вида "*Менее МДА*" или "*Менее предела*"

детектирования” без указания конкретного для данного измерения значения не являются описанием результата измерения.

Рекомендации относительно использования результатов измерения приведены в приложении Е.

14 Контроль точности результатов измерений

14.1 Сохранность метрологических характеристик радиометрической установки контролируется посредством периодических измерений стандартных и контрольных образцов, а именно:

- входящего в состав установки контрольного источника;
- пустой измерительной кюветы;
- порошка хлористого калия ЧДА ГОСТ 4234-77;

Измерение контрольного источника совмещено с процедурой энергетической калибровки бета-спектрометра и проводится не реже 1 раза в 4 часа.

Измерение пустой измерительной кюветы совмещено с процедурой измерения фона и проводится не реже 1 раза в неделю;

Измерение порошка хлористого калия проводится не реже 1 раза в месяц.

14.2 По результатам измерений стандартных и контрольных образцов контролируются значения следующих характеристик:

- *Скорость счета от контрольного источника.* Скорость счета от контрольного источника должна отличаться от значения, приведенного в паспорте установки или свидетельстве о поверке на величину не более предела погрешности коэффициента преобразования радиометрической установки δK^{max} .

Примечание - Сохранность контрольной скорости счета свидетельствует о неизменности коэффициента преобразования активности в скорость счета.

- *Позиция в каналах контрольного репера.* Позиция контрольного репера должна отличаться от значения, определенного при прошлой энергетической калибровке не более чем на 3 %.

Примечание - Значение данной величины определяется программой при энергетической калибровке установки. В качестве контрольного репера при использовании контрольного источника $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ используют граничную энергию спектра ^{90}Y . Отличие позиции контрольного репера от позиции, определенной при прошлой энергетической калибровке более чем на 3 % свидетельствует о нестабильности коэффициента преобразования энергии бета-излучения в амплитуду электрических импульсов за время, прошедшее между двумя последовательными процедурами энергетической калибровки.

- *Скорость счета фоновых импульсов.* Скорость счета фоновых импульсов должна отличаться от среднего значения, определенного при предыдущем измерении фона на величину не более допустимых статистических вариаций для доверительной вероятности 0,99.

Примечание - Расчет скорости счета фоновых импульсов и сравнение полученного значения со значением, определенным ранее проводится программным обеспечением автоматически при измерении фонового спектра.

- *Показания от контрольного образца хлористого калия.* Показания радиометрической установки при измерениях образца хлористого калия в режиме измерений суммарной бета активности и в режиме спектрометрических измерений активности $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ должны соответствовать характеристикам хлористого калия, приведенным в таблице:

Таблица 4 - Характеристики источника порошка KCl и допустимые отклонения показаний

Величина	Опорное значение, Бк/г	Допустимое отклонение показаний от опорного значения, Бк/г
Удельная суммарная бета-активность Q_β	14,5	$1,5 \cdot \sqrt{(14,5 \cdot \delta K^{max})^2 + U(Q_\beta)^2}$
Удельная активность ^{40}K	16,3	$1,5 \cdot \sqrt{(16,3 \cdot \delta K^{max})^2 + U(Q_{40K})^2}$
Удельная активность $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$	0	$1,5 \cdot \sqrt{(0,1)^2 + U(Q_{90Sr})^2}$

Примечание - Равенство нулю измеренного значения активности радионуклида $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ в пределах допустимого отклонения свидетельствует о том, что дополнительные составляющие погрешности за счет разделения программным обеспечением измеренного спектра на составляющие, обусловленные излучением отдельно ^{40}K и $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ пренебрежимо малы.

14.3 Значения перечисленных в пункте 14.2 величин, получаемые при периодическом контроле точности согласно настоящей методике могут использоваться в системе “обеспечения качества результатов испытаний” [ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006]. Рекомендации по включению данных характеристик в систему контроля качества измерений приведены в приложении Ж.

Приложение А
(Справочное)

Метод обработки спектра и модель расчета неопределенности

Таблица А.1 - Обозначения, использованные в методике

A	активность
Q	удельная активность
$Q_{Xx}, (Q_{\beta})$	удельная активность радионуклида Xx, (удельная суммарная бета-активность)
R	обозначение измеряемой величины (активности или удельной активности) в общем виде. Примечание - Данное обозначение применяется в соотношениях, вид которых является общим для всех измеряемых величин
R_i	Значение измеряемой величины (активности или удельной активности) в i -ом измерении
\bar{R}	среднее взвешенное значение измеряемой величины по нескольким измерениям
$U^{stat}(R)$	статистическая составляющая расширенной неопределенности ($k=2$) измерения величины R
$U(R)$	расширенная неопределенность измерения величины R для коэффициента охвата $k=2$
$U_0(R)$	значение расширенной неопределенности ($k=2$) измерения на нижнем пределе диапазона измерений
$U_0^{max}(R)$	допускаемая расширенная неопределенность ($k=2$) измерения на нижнем пределе диапазона измерений
$R^<, R^>$	верхняя и нижняя границы доверительного интервала в который с вероятностью 95 % попадает истинное значение измеряемой величины
$m_{с.о.}$	масса счетного образца
$K_{конц}$	коэффициент концентрирования
f_g	геометрический фактор: поправка, на которую должен быть умножен результат измерения, для того чтобы учесть отличие формы, материала, размера, плотности и положения исследуемого образца от образца, по которому проводилась градуировка установки.
δK^{max}	предел погрешности коэффициента преобразования радиометрической установки. Примечание - Если в документации на установку предел погрешности коэффициента преобразования радиометрической установки не указан, то принимается $\delta K^{max} = 10 \%$.
t_m	время экспозиции (живое время накопления спектра)
$s(E)$	аппаратурный спектр бета излучения, зарегистрированный детектором при измерении счетного образца, имп/(с·кэВ)
$s_{bg}(E)$	аппаратурный спектр, полученный в результате измерения фонового спектра, имп/(с·кэВ)

$p_l(E)$	функция чувствительности детектора к излучению радионуклида l , имп/(с·кэВ)
A_l	активность радионуклида l
$k_{bg}(E)$	поправочная функция, отражающая эффект возмущения фонового спектра счетным образцом
$k_{nuc}(E)$	добавка к аппаратурному спектру от излучения радионуклидов, фактически присутствующих в счетном образце, но не входящих в предполагаемый радионуклидный состав счетном образце
K_τ	поправка на точность учета мертвого времени
$f_{g,l}$	геометрический фактор для радионуклида l в геометрии g
l_{max}	количество радионуклидов в списке радионуклидного состава

А.1 Аппаратурный спектр бета-излучения, регистрируемый детектором, является суммой независимых вкладов, обусловленных фоновым излучением и излучением всех радионуклидов, присутствующих в счетном образце.

$$s(E) \cdot K_\tau = s_{bg}(E) + k_{bg}(E) + \sum_{l=1}^{l_{max}} A_l \cdot p_l(E) \cdot f_{g,l} + k_{nuc}(E) \quad (A.1)$$

А.2 Для расчета значения активности A_l в рабочем диапазоне энергий выделяют m_{max} энергетических интервалов ($m_{max} \geq l_{max}$), на каждом из которых проводят интегрирование уравнения (А.1). В результате получают систему m_{max} уравнений:

$$S_m \cdot K_\tau = S_{bg,m} + K_{bg,m} + \sum_{l=1}^{l_{max}} A_l \cdot P_{l,m} \cdot f_{g,l} + K_{nuc,m} \quad m = 1 \dots m_{max} \quad (A.2)$$

где коэффициенты S_m , $S_{bg,m}$, $K_{bg,m}$, $P_{l,m}$, $K_{nuc,m}$ представляют собой интеграл по энергии в пределах интервала m соответственно от функций $s(E)$, $s_{bg}(E)$, $k_{bg}(E)$, $p_l(E)$, $k_{nuc}(E)$.

А.3 Значение чувствительности детектора $P_{l,m}$ к излучению радионуклида l на интервале m определяют экспериментально на основании спектров полученных от эталонных источников. Процедура измерения спектров эталонных источников проводится однократно при выпуске средства измерения или его градуировке.

Процессы поглощения энергии бета излучения в материале счетного образца приводят к зависимости чувствительности детектора $P_{l,m}$ от массы счетного образца. При калибровке установки измеряют (4 – 5) спектров образцовых источников с различными значениями массы счетного образца в диапазоне от 1 до 20 г. По каждому калибровочному спектру определяют значение чувствительности, соответствующее использованной при калибровке массе счетного образца:

$$P_m = \frac{S_{l,m}^{cal} - S_{bg,m}^{cal}}{A_l^{cal}} \quad (A.3)$$

где $S_{l,m}^{cal}$ – скорость счета на интервале m полученная при измерении спектра калибровочного источника l ;

$S_{bg,m}^{cal}$ – фоновая скорость счета на момент калибровки;

A_l^{cal} – паспортное значение активности калибровочного источника.

Рассчитанные по каждому спектру значения чувствительности аппроксимируются следующей зависимостью от массы счетного образца:

$$P(m_{c.o.}) = P_0 \cdot (1 - e^{-\mu \cdot m_{c.o.}}) \quad (A.4)$$

На основании полученных при аппроксимации значений коэффициентов P_0 и μ по формуле (A.4) рассчитывается значение чувствительности детектора для значения $M_{c.o.}$ равного массе исследуемого образца, которое и используется в качестве значения чувствительности при решении системы уравнений (A.2).

A.4 Расчет значений активности радионуклидов A_l проводится программным обеспечением спектрометрического комплекса посредством решения системы уравнений (A.2). При этом значения поправок полагаются равными: $f_{g,l}=1$; $K_l=1$; $K_{bg,m}=0$; $K_{nuc,m}=0$.

A.5 Бюджет суммарной неопределенности результата измерения формируется за счет неопределенности следующих входных величин:

Таблица A.2 - Составляющие, дающие вклад в неопределенность результата измерений

1	$U(S_m)$	неопределенность скорости счета импульсов от счетного образца на интервалах $m=1 \dots m_{max}$
2	$U(S_{bg,m})$	неопределенность скорости счета фоновых импульсов
3	$U(S_{l,m}^{cal})$	неопределенность скорости счета в спектре калибровочного источника $l=1 \dots l_{max}$
4	$U(S_{bg,m}^{cal})$	неопределенность скорости счета фоновых импульсов в момент измерения спектров калибровочных источников
5	$U(A_l^{cal})$	неопределенность паспортного значения активности калибровочных источников $l=1 \dots l_{max}$
6	$U(f_{g,l})$	неопределенность геометрического фактора, характеризующая его возможные отличия от используемого при обработке спектра значения $f_{g,l}=1$
7	$U(K_{bg,m})$	неопределенность поправки на возмущение фонового спектра счетным образцом
8	$U(M_{c.o.,l}^{cal})$	неопределенность значений массы счетного образца для всех навесок образцового источника l при калибровке спектрометра
9	$U(M_{c.o.})$	неопределенность значения массы счетного образца
10	$U(K_\tau)$	неопределенность поправки учета мертвого времени спектрометра
11	$U(K_{nuc,m})$	неопределенность поправки на возможное присутствие в счетном образце радионуклидов, не входящих в предполагаемый радионуклидный состав счетного образца.

A.6 Вклад статистических вариаций скорости счета обрабатываемого спектра $U(S_m)$ и скорости счета фоновых импульсов $U(S_{bg,m})$ в неопределенность результата измерений активности радионуклида l рассчитывается программой обработки спектра:

$$U^{stat}(A_l) = \sqrt{\sum_{m=1}^{m_{max}} \left(\frac{\partial A_l}{\partial (S_m - S_{bg,m})} \right)^2 \cdot (U(S_m)^2 + U(S_{bg,m})^2)} \quad (A.5)$$

где $U(S_m)^2 = S_m/t$;

$U(S_{bg,m})^2 = S_{bg,m}/t_{bg}$;

t и t_{bg} соответственно время измерения спектра счетного образца и фонового спектра.

Значение производной $\frac{\partial A_l}{\partial (S_m - S_{bg,m})}$ определяется численно путем решения системы (А.2) для значения скорости счета S_m , измененного на 1 %.

А.7 Величины $U(S_{cal,l,m})$, $U(S'_{bg,m})$, $U(A_{cal,l})$, $U(M'_{c.o.,l})$, перечисленные в строках 3, 4, 5 и 8 таблицы А.2 не зависят от условий измерения счетного образца и отражают точность выполнения калибровки спектрометра.

Величины $U(f_{g,l})$ и $U(K_{bg,m})$ (строки 6 и 7 таблицы А.2) также не зависят от условий измерения счетного образца и отражают неоднозначность описания геометрии измерения и допустимые вариации параметров счетного образца в пределах требований этого описания. Значение этих составляющих считается постоянным для каждой геометрии измерений.

Вклад этих причин в неопределенность результата измерений оценивается на этапе градуировки спектрометра. При этом для каждой геометрии, а также каждого радионуклида, устанавливаются значения коэффициентов, определяющих предельный вклад этих величин в неопределенность измерений обычно на уровне

$$U_l^{max,rel} = 0,1 \div 0,15; U_l^{max,abs} = 0 \div 0,1 \text{ Бк.}$$

Затем, для каждого калибровочного спектра и спектров, снимаемых при приемо-сдаточных испытаниях, проверяется выполнение соотношения:

$$(A_l - A_l^{cal})^2 < (U_l^{max,abs} + U_l^{max,rel} \cdot A_l^{cal})^2 + U(A_l^{cal})^2 + (U^{stat}(A_l))^2 \quad (\text{А.6})$$

где: A_l - значение активности радионуклида l , полученное при обработке спектра источника.

Примечание - Программа приемо-сдаточных испытаний предусматривает измерения спектров от различных навесок моноклидных образцовых источников в пределах радионуклидного состава и спектров образцов нулевой активности для различных материалов счетного образца в пределах требований геометрии измерения.

Выполнение этого соотношения обеспечивает неперевышение всеми нестатистическими составляющими неопределенности измерения установленного предела:

$$U_l^{max,abs} + U_l^{max,rel} \cdot A_l^{cal}.$$

Значения коэффициентов $U_l^{max,rel}$ и $U_l^{max,abs}$ сохраняются вместе с другими результатами калибровки в конфигурационных данных каждой геометрии измерения.

Вклад вышеперечисленных причин в неопределенность результата измерений учитывается программой обработки спектра. Полная неопределенность измерения активности радионуклида l в счетном образце рассчитывается как:

$$U(A_l) = \sqrt{U^{stat}(A_l)^2 + (U_l^{max,abs} + U_l^{max,rel} \cdot A_l)^2} \quad (\text{А.7})$$

А.8 Значение расширенной неопределенности измерения $U(A_l)$, рассчитанное по соотношению (А.7), выводится в отчет всеми версиями программного обеспечения «Прогресс».

Вклад статистических причин в полную неопределенность измерения $U^{stat}(A_l)$, рассчитанный согласно (А.5) выводится наряду с полной неопределенностью в отчеты, формируемые программой «Прогресс-5.2».

А.9 Вклад в неопределенность измерения составляющих, связанных с точностью взвешивания $U(M_{c.o.})$ и неопределенностью оценки мертвого времени $U(K_T)$, при соблюдении требований к СИ мал и им можно пренебречь.

А.10 При измерениях суммарной бета-активности неопределенность поправки на возможное присутствие в счетном образце радионуклидов, не входящих в предполагаемый радионуклидный состав счетного образца $U(K_{nuc,m})$ считается равной нулю.

При измерениях образцов биологического происхождения – пищевых продуктов, кормов, пилолесоматериалов и т.п. на уровне действующих нормативов, равно как и при измерениях образцов, приготовленных методом химического выделения, вкладом в неопределенность результата составляющей, связанной с возможным присутствием в счетном образце радионуклидов, не входящих в предполагаемый радионуклидный состав счетного образца, $U(K_{nuc,m})$ можно пренебречь.

В остальных случаях вопросы о возможном присутствии радионуклидов, не учтенных в предполагаемом радионуклидном составе, и об их влиянии на точность измерения должны рассматриваться отдельно.

А.11 На основании результата измерения активности в счетном образце программное обеспечение позволяет проводить расчет удельной активности в пробе. Автоматический учет неопределенности коэффициента концентрирования при этом не проводится.

При измерении нативных проб, а также в случае подготовки счетного образца методами физического концентрирования, например, согласно ГОСТ Р 54015-2010 и ГОСТ Р 54017-2010, вкладом неопределенности коэффициента концентрирования в точность измерения активности можно пренебречь.

В случае подготовки счетного образца методами химического выделения радионуклида неопределенность выхода соответствующего элемента или коэффициента концентрирования должны оцениваться согласно методике подготовки счетного образца и учитываться в итоговом значении неопределенности удельной активности исследуемой пробы.

А.12 При измерении суммарной бета-активности в режиме радиометрического измерения обработка спектра проводится в диапазоне энергий от 200 до 2300 кэВ. Превышение скорости счета над фоном в этом диапазоне, отнесенное к чувствительности установки, фактически и является значением суммарной бета-активности рассчитываемым программой.

А.13 При измерении активности $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ в пробах биологического происхождения в режиме спектрометрического измерения измеренный спектр в диапазоне энергий от 450 до 3000 кэВ представляется линейной комбинацией фона и вкладов от излучения радионуклидов ^{137}Cs , ^{40}K и $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$.

А.14 При измерении активности $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ в пробах биологического происхождения в режиме учета калия из измеренного спектра вычитается фоновый спектр и вклад радионуклида ^{40}K , который определяется по результатам измерения этой пробы на гамма-спектрометре. Полученный разностный спектр представляется как линейная комбинация вкладов от ^{137}Cs и находящихся в состоянии радиоактивного равновесия ^{90}Sr и ^{90}Y в диапазоне энергий от 450 до 3000 кэВ. При расчете неопределенности помимо причин, перечисленных в таблице А.2 учитывается неопределенность значения активности ^{40}K , полученная на гамма-спектрометре.

Приложение Б (Обязательное)

Энергетическая калибровка

Б.1 Энергетическая калибровка проводится с целью построения зависимости энергии от номера канала анализатора импульсов. Энергетическую калибровку проводят перед любым измерением счетного образца или фона по входящему в состав установки контрольному источнику.

Б.2 Для выполнения энергетической калибровки следует установить под детектор контрольный источник входящий в состав бета-спектрометрического тракта и запустить измерение в режиме энергетической калибровки. По истечении предустановленного времени (как правило, 150 с) набор спектра остановится, и на экране появятся результаты обработки спектра контрольного источника.

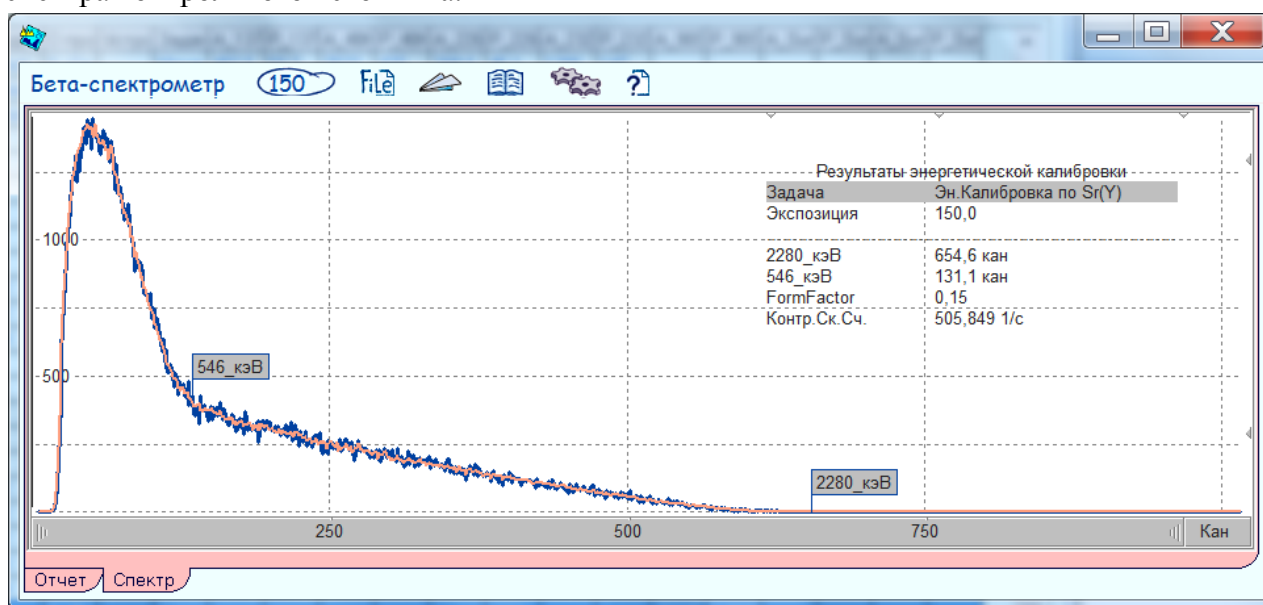


Рисунок Б.1 - Аппаратурный спектр, регистрируемый от точечного источника $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$

Б.3 В результате обработки программа строит зависимость энергии от номера канала анализатора, и в качестве контрольных характеристик выводит на экран позиции (в каналах) граничных энергий спектров ^{90}Sr и ^{90}Y при использовании источника $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ или позиции, в которые попадают края комптоновского распределения от линий 511 кэВ и 1275 кэВ при использовании источника ^{22}Na .

Б.4 Для контроля стабильности счетной характеристики установки на экран выводится значение контрольной скорости счета от источника в имп/с.

Б.5 Если значение контрольной скорости счета с учетом поправки на распад источника совпадает с паспортным значением для данной установки в пределах $\pm \delta K^{max}$, а позиции контрольных точек отличаются от соответствующих позиций на момент калибровки (ввода в эксплуатацию) не более чем на 30 %, установка считается готовой к использованию.

Примечание – Паспортное значение контрольной скорости счета умножают на поправку на распад источника, а затем полученное значение сравнивается со значением контрольной скорости счета, рассчитан-

ным программой. Значение поправки на распад источника зависит от времени, прошедшего после момента определения паспортного значения контрольной скорости счета. В таблице Б.1 приведены значения поправок на распад для источников $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ и ^{22}Na .

Таблица Б.1 - поправка на распад контрольного источника

Время, прошедшее с момента поверки установки, месяцы	Значение поправки на распад радионуклида в источнике		Время, прошедшее с момента поверки установки, месяцы	Значение поправки на распад радионуклида в источнике	
	Для ^{90}Sr	Для ^{22}Na		Для ^{90}Sr	Для ^{22}Na
1	0,998	0,978	13	0,974	0,749
2	0,996	0,957	14	0,972	0,733
3	0,994	0,936	15	0,970	0,717
4	0,992	0,915	16	0,968	0,701
5	0,990	0,895	17	0,966	0,686
6	0,988	0,875	18	0,965	0,670
7	0,986	0,856	19	0,963	0,656
8	0,984	0,837	20	0,961	0,641
9	0,982	0,819	21	0,959	0,627
10	0,980	0,801	22	0,957	0,614
11	0,978	0,783	23	0,955	0,600
12	0,976	0,766	24	0,953	0,587

Б.6 Если значение контрольной скорости счета с учетом поправки на распад источника совпадает с паспортным значением для данной установки в пределах $\pm \delta K^{max}$, а позиции контрольных точек отличаются от соответствующих позиций на момент калибровки (ввода в эксплуатацию) более чем на 30 %, установка также может быть использована для измерений активности, однако по возможности следует провести регулировку коэффициента усиления спектрометрического тракта.

Б.7 При значительном изменении коэффициента усиления спектрометрического тракта возможна ситуация, когда используемый для обработки спектра диапазон энергий не попадает целиком в шкалу анализатора. В этом случае оператору выводится соответствующее сообщение, значения контрольной скорости счета и позиции контрольных точек обнуляются, и любые последующие измерения за исключением калибровки блокируются.

В этом случае следует провести регулировку коэффициента усиления таким образом, чтобы рабочий диапазон энергий (от 200 до 3000 кэВ) попадал в шкалу анализатора импульсов.

Б.8 Значение контрольной скорости счета и позиции контрольных точек следует занести в рабочий журнал.

В том случае, если по результатам многодневных наблюдений позиции контрольных точек меняются незначительно (не более чем на 1 %) и не наблюдается их систематический дрейф в течение дня, периодичность выполнения энергетической калибровки может быть снижена до 1 раза в 2 - 4 часа.

Приложение В (Обязательное)

Измерение фонового спектра

В.1 Фоновый спектр необходим программе для расчета активности. Измерение фонового спектра следует проводить с чистой кюветой. При хранении пустой кюветы на столе или полке её следует накрывать бумагой во избежание оседания дочерних продуктов распада радона на поверхность кюветы.

В.2 От продолжительности измерения фонового спектра зависит точность, с которой в последующем будет измерена активность. Для достижения характеристик точности, декларированных в методике, время измерения фонового спектра должно составлять (2 – 4) часа. Программное обеспечение компьютеризированных спектрометрических комплексов позволяет разбить относительно длительную процедуру измерения фона на несколько измерений по (0,5 – 1) часу, проводимых с периодичностью один раз в несколько дней. При этом текущий фоновый спектр установки формируется согласно следующему алгоритму:

- спектр, полученный после первого измерения фона, сохраняется без изменений как фоновый спектр установки;

- спектр любого последующего измерения усредняется с сохраненным ранее фоновым спектром установки. Результат усреднения записывается как новый фоновый спектр установки.

При усреднении спектров используются значения двух параметров – установленное время единичного измерения фона t_{bg}^{set} и весовой множитель W . Средний спектр рассчитывается таким образом, чтобы на любом энергетическом интервале количество импульсов определялось соотношением:

$$N'_{bg} = \left(1 - W \cdot \frac{t_{bg}^{meas}}{t_{bg}^{set}}\right) \cdot N_{bg} + N_{bg}^{meas} \quad (B.1)$$

а эффективное время экспозиции фонового спектра установки как:

$$t'_{bg} = \left(1 - W \cdot \frac{t_{bg}^{meas}}{t_{bg}^{set}}\right) \cdot t_{bg} + t_{bg}^{meas} \quad (B.2)$$

где: N_{bg}^{meas} и t_{bg}^{meas} – количество импульсов и время экспозиции для измеренного спектра;

N_{bg} и t_{bg} – количество импульсов и время экспозиции для спектра, сохраненного ранее в качестве фонового спектра установки.

В.3 При запуске набора в режиме измерений фона следует указать значения времени единичного измерения фона t_{bg}^{set} и весового множителя W .

В случае ежедневного постоянного использования установки с периодичностью измерения фона не реже 1 раза в неделю рекомендуется устанавливать $t_{bg}^{set} = 3600$ с и $W=0,4$.

В случае если установка не использовалась в течение длительного времени, либо была перенесена из другого помещения, либо есть основания предполагать факт изменения фона внешнего излучения, рекомендуется устанавливать $t_{bg}^{set} = 7200$ с и $W=0$.

В случае использования установки в режиме длительных (несколько часов) высокоточных измерений активности рекомендуется устанавливать $t_{bg}^{set} = 3600$ с, а $W=0,6 \div 0,8$, и проводить измерения фона каждый день по возможности в разное время дня.

Примечание - Под высокоточными измерениями понимаются измерения, точность которых превышает точность, декларированную настоящей методикой, за счет уменьшения статистической составляющей неопределенности вследствие увеличения времени измерения более 2 часов.

В.4 По окончании установленного времени набора следует обратить внимание на значения фоновой скорости счета на контрольных интервалах.

Программа отображает скорости счета на контрольных интервалах для измеряемого фонового спектра и для сохраненного ранее фонового спектра установки. В том случае, если скорости счета отличаются друг от друга на величину большую расширенной статистической неопределенности $k = 3$, программа выводит соответствующее предупреждение.

Если факт отличия скоростей счета на каком-либо из интервалов наблюдается чаще чем в 5 % измерений, то это является индикатором того что вариации фоновой скорости счета обусловлены не статистическими причинами и, скорее всего, связаны с электрическими шумами или наводками.

Приложение Г (Обязательное)

Подготовка счетного образца к измерению

Г.1 Перед измерением счетный образец помещается в кювету. Пустая кювета взвешивается, а затем взвешивается эта же кювета с помещенным в неё счетным образцом. Масса счетного образца $m_{c.o.}$ вычисляется как разница масс заполненной и пустой кюветы.

Г.2 При измерениях в геометрии “Кювета_D70” материал счетного образца равномерно распределяется по поверхности измерительной кюветы.

Для уплотнения и выравнивания рыхлых материалов (золы, порошков) следует пользоваться устройством для уплотнения проб (см. рисунок 2). Центрирующее кольцо устанавливается на кювету. Затем в кювету насыпают материал счетного образца. Рыхлые и неплотные материалы, такие как золу, можно насыпать до уровня выше, чем край кюветы, так чтобы они частично заполняли объем центрирующего кольца. Затем счетный образец следует предварительно выровнять шпателем и уплотнить ручным прессом, который вставляется внутрь центрирующего кольца. Центрирующее кольцо снимается, а пресс, поворачивая, убирают с поверхности счетного образца. В результате получается плоская таблетка из материала счетного образца равномерно заполняющая поверхность кюветы.

В геометрии “Кювета_D70” проводят измерения нативных или концентрированных проб биологического происхождения и образцов, полученных методами химического выделения с массой счетного образца от 0,1 до 20 г.

Г.3 Счетные образцы, предназначенные для измерений суммарной бета-активности, каковыми в частности являются осадки, полученные при выпаривании воды, готовятся на специальной подложке, совпадающей по диаметру с внутренним диаметром измерительной кюветы. Для измерений суммарной бета-активности такая подложка помещается внутрь штатной кюветы бета спектрометра с отверстием в центре. Отверстие служит для удобства установки или извлечения подложки.

Примечание - Измерение суммарной бета-активности как правило является частью исследования, включающего в себя также и измерение суммарной альфа-активности. Если для измерений суммарной альфа активности используется альфа-радиометр спектрометрического комплекса “Мультирад”, то для измерений суммарной бета-активности не обязательно пересыпать материал счетного образца с подложки альфа-

радиометра в кювету бета-спектрометра и обратно, а можно просто поместить подложку альфа-радиометра, на которой проводилась подготовка счетного образца, внутрь кюветы бета-спектрометра. При измерении подложек альфа-радиометра в программном обеспечении следует выбирать геометрию “Кювета_D70”.

Полученные методами выпаривания или соосаждения осадки массой (0,1 – 1) г должны быть равномерно распределены по поверхности подложки. Для этого пользуются спиртовым нанесением. Материал счетного образца предварительно как можно более равномерно распределяют по поверхности подложки шпателем. Затем пипеткой добавляют несколько капель этилового спирта и аккуратным покачиванием кюветы добиваются равномерного распределения порошка по её поверхности. Затем подложку сушат под лампой до полного испарения спирта.

Г.4 Пробы, отобранные на фильтры, а также мазки с поверхности, отобранные на фильтр или ткань Петрянова, должны быть подготовлены к измерению в соответствии с требованиями одной из геометрий измерения.

Для измерений суммарной бета-активности непосредственно на фильтре установка должна быть отградуирована в соответствующей геометрии. Например “Фильтр АФА 20 см²”.

Фильтры или мазки с поверхности перед измерением могут также быть подвергнуты озолению и дальнейшей подготовке согласно пункта Г.2. Процедуру озоления имеет смысл проводить для объединенных проб, представляющих собой несколько фильтров или для крупных образцов ткани.

При измерении озоленных фильтров в программном обеспечении следует выбирать геометрию “Кювета_D70”.

Г.5 Отдельные методики химического выделения стронция или иттрия предполагают получение осадка массой не более 0,5 г в кювете диаметром 20 мм. Для выполнения измерений таких осадков установку градуируют в геометрии “Кювета_D20”.

В этом случае подложка с осадком располагается в центре штатной кюветы бета-спектрометра диаметром 70 мм, которая устанавливается под детектор.

Приложение Д (Справочное)

Примеры отчетов с результатами измерения

Д.1 Пример отчета с результатами измерения удельной активности радионуклида ⁹⁰Sr.

В примере используется табличная форма представления результатов с указанием измеренного значения и расширенной неопределенности (k=2). Данная форма отчета обеспечивает прослеживаемость получения результатов измерения и может использоваться для ведения внутрилабораторного архива.

ЛАБОРАТОРИЯ РАДИАЦИОННОГО КОНТРОЛЯ ОБЩЕСТВА С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ "НТЦ АМПЛИТУДА"

Юридический адрес:
124482, Москва, Зеленоград, просп. Генерала
Алексеева, д.1 5

Аттестат аккредитации федерального
агенства по техническому регулированию
и метрологии № САРК.RU.0001.441827 от
28 октября 2010 года

Исходные данные о пробе и счетном образце:

Код пробы:	1
Вид продукции:	Зерно
Метод подготовки счетного образца:	Физическое концентрирование (озоление)
Масса вещества пробы, пошедшая в анализ, г:	100
Масса концентрата, г:	10
Маса счетного образца, г:	10
Дата измерения:	28.04.2014 19:27
Время экспозиции, с:	1510
Геометрия измерения	Кювета_D70

Измерения проводились на установке спектрометрической МКС-01А «МУЛЬТИРАД», бета-спектрометрический тракт «МУЛЬТИРАД-бета».

Свидетельство о поверке № _____ от _____.

Рисунок 1 - Аппаратурный спектр, зарегистрированный при измерении счетного образца:

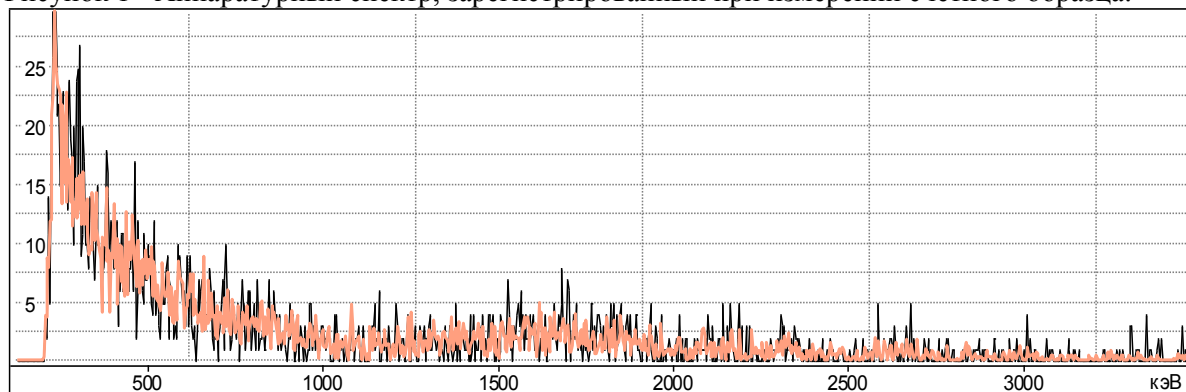


Таблица 1 - Удельная активность исходной пробы. Первичные результаты обработки аппаратного спектра

Величина, ед.изм.	Первичный результат измерения (показания прибора)		
	y	$2 \cdot u(y)$	$2 \cdot U(y)$
^{40}K , Бк/кг	8.0	15.88	15.9
^{90}Sr , Бк/кг	-2.1412	6.059	6.1

Таблица 2 - Удельная активность исходной пробы. Результаты всех измерений, найденные в базе данных для пробы 1 и средний результат

Величина, ед.изм.	Первичный результат измерения				Среднее значение	
	Дата	y	2*u(y)	2*U(y)	<y>	2*U(<y>)
40K, Бк/кг	28.04.2014 19:27	8	15.88	16	3	14
	28.04.2014 18:40	-3	23.3	23		
90Sr, Бк/кг	28.04.2014 19:27	-2.1	6.059	6.1	-0.4	5.6
	28.04.2014 18:40	1.4	9.345	9.3		

Таблица 3 - Заключение о значении измеряемых величин. Значение удельной активности радионуклидов в веществе исходной пробы находится в пределах границ доверительного интервала от $y^<$ до $y^>$.

Величина, ед.изм.	Цензурированный результат измерения		Границы доверительного интервала		Норматив y_r
	\hat{y}	2*U(\hat{y})	$y^<$	$y^>$	
⁴⁰ K, Бк/кг	3	14	0	17	
⁹⁰ Sr, Бк/кг	0	5.6	0	5.6	

Обозначения, используемые в отчете:

y - первичный результат измерения;

<y> - среднее взвешенное значение нескольких наблюдаемых результатов;

\hat{y} – физически корректный (цензурированный) результат измерения;

2*u(y), 2*u(<y>), 2*u(\hat{y}) - статистическая составляющая расширенной неопределенности (k=2) величин y, <y>, \hat{y} ;

2*U(y), 2*U(<y>), 2*U(\hat{y}) - расширенная полная неопределенность (k=2) величин y, <y>, \hat{y} ;

$y^<$, $y^>$ - левая и правая границы доверительного интервала, в котором с вероятностью 95 % находится истинное значение измеряемой величины;

y_r – норматив.

Измерения проводил : _____ И.О. Фамилия

Д.2 Пример представления результатов измерения удельной активности радионуклида ⁹⁰Sr в пищевой продукции. В таблицу с результатом измерения включены другие нормируемые величин, в частности активность ¹³⁷Cs. В отчет также должна быть включена информация об исследуемом объекте и методе измерения в соответствии с внутрилабораторными правилами или требованиями регулирующих органов.

...

Результат измерений:

Радионуклид	Удельная активность Q, Бк/кг	Расширенная неопределенность, (k=2), Бк/кг	Допустимый уровень Н, Бк/кг	Отношение Q/Н
¹³⁷ Cs	3.9	2.8	40	0.1
⁹⁰ Sr	0	5.6	20	0

Значение показателя соответствия В: 0.1

Значение неопределенности показателя соответствия ΔВ: 0.29

На основании результатов измерений продукция может быть признана соответствующей требованиям критериев радиационной безопасности.

Д.3 Пример представления заключения о значении измеряемой величины. Данная форма отчета может быть использована в том случае, если регулирующий орган требует представления отрицательных и близких к нулю результатов в виде “менее ...”.

...

Таблица. Заключение о значении измеряемой величины. Границы доверительного интервала заданы для вероятности $P_{\text{дов}}=0.95$.

Радионуклид	Удельная активность Q, Бк/кг	Допустимый уровень Н, Бк/кг	Отношение Q/Н
^{137}Cs	3.9 ± 2.8 (от 1.1 до 6.7)	40	0.1
^{90}Sr	менее 5.6	20	0

Значение показателя соответствия В: 0.1

Значение неопределенности показателя соответствия ΔB : 0.29

На основании результатов измерений продукция может быть признана соответствующей требованиям критериев радиационной безопасности.

Приложение Е (Справочное)

Рекомендации по использованию результатов измерения

Е.1 Приведенная в приложении Д форма отчета содержит различные виды результата измерения – первичный, средний и физически корректный (цензурированный). Такой вид отчета обеспечивает прослеживаемость результатов измерения и должен сохраняться в лаборатории.

Если цель проводимого исследования не предполагает предоставление конечному пользователю полного объема информации, то объем данных выводимых в отчет может быть сокращен.

Е.2 В том случае, когда целью измерений является проверка работоспособности установки или метода измерений, например при заполнении протокола измерений для поверки или при участии в сличительных испытаниях, следует приводить первичный результат измерения и(или) средний результат. Первичный результат не искажен априорной информацией о неотрицательности значения активности и является характеристикой работоспособности установки.

“Результаты измерений не должны быть цензурированными (результаты не должны иметь форму “ <0.1 ” или “меньше чем предел обнаружения”. Аналогично, если получено отрицательное значение, оно должно быть записано без искажений, даже если результат наблюдений теоретически не может быть отрицательным.” [ГОСТ Р ИСО 13528-2010. Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний.]

Е.3 В том случае, если цель измерений предполагает дальнейшую статистическую обработку, либо объединение результатов с результатами, полученными в других лабораториях с последующим расчетом среднего значения, следует использовать первичный резуль-

тат измерения и (или) средний результат. Использование цензурированного результата приведет к смещению среднего значения в сторону положительных значений.

Е.4 Если целью исследования является вывод заключения об истинном значении измеряемой величины, например при определении соответствия продукции требованиям радиационной безопасности, то в итоговом протоколе исследования следует приводить заключение о значении измеряемой величины. В заключении указываются границы доверительного интервала в который попадает истинное значение измеряемой величины. В качестве результата измерения может также быть приведен цензурированный результат измерения.

Е.5 Следует понимать, что в представленной в отчете цепочке результатов: первичные результаты измерений -> средний результат -> цензурированный результат, на каждом этапе происходит потеря информации. Так, обратный переход от среднего результата к набору первичных результатов или от цензурированного результата к среднему невозможен.

При появлении дополнительных данных о значении измеряемой величины, например, при последующих измерениях, объединить их (посредством усреднения) можно будет только с первичными результатами или со средним результатом. Поэтому вывод цензурированного результата без указания первичных данных имеет смысл только в том случае, когда необходимо дать численное подтверждение заключения о соответствии пробы нормативам и предполагается, что пользователь результатов не будет дополнять их своими данными или использовать для каких-либо расчетов.

Е.6 При расчете среднего арифметического, среднего взвешенного либо робастного среднего значения по результатам нескольких измерений следует использовать первичные результаты. Полученное среднее значение в дальнейшем может быть цензурировано в соответствии с теми же правилами что и первичный результат.

Приложение Ж (Справочное)

Процедуры, рекомендованные для включения в систему обеспечения качества измерений

Ж.1 С целью “обеспечения качества результатов испытаний” [ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий] в качестве мониторируемых параметров могут использоваться значения контрольных величин, выводимые программой при обработке спектра контрольного источника и фоновое спектра, а также результаты измерений контрольной пробы на основе порошка хлористого калия.

Ж.2 Сохранность метрологических характеристик спектрометра и их соответствие паспортным значениям обеспечивается в том случае, если:

- значение контрольной скорости счета с учетом поправки на распад источника отличается от опорного значения, определенного при калибровке или последней поверке не более чем на величину установленного предела;

- разница между позициями контрольных точек, определенными в результате любых двух процедур энергетической калибровки с интервалом времени друг между другом не более 4 часов не превышает 3 % ;

- скорость счета фоновых импульсов в рабочем диапазоне энергий, либо в первом энергетическом интервале, при измерениях фона согласно приложению В укладывается в диапазон допустимых статистических вариаций;

- значение удельной активности радионуклидов ^{90}Sr и ^{40}K , полученные при измерении образца хлористого калия в режиме спектрометрического измерения активности $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ находятся в пределах, указанных в таблице 4.

Ж.3 Значение контрольной скорости счета и позицию одной из контрольных точек (например позицию, соответствующую граничной энергии спектра ^{90}Y), определенные в ходе энергетической калибровки (см. приложение Б) фиксируют в рабочем журнале с указанием даты и времени выполнения калибровки.

Ж.3.1 Контроль стабильности коэффициента преобразования активности в скорость счета

В лабораторном журнале ведется график, представляющий собой зависимость контрольной скорости счета от времени измерения. На график наносится по одной точке в сутки. В качестве значения, наносимого на график, используется значение скорости счета, полученное при последней энергетической калибровке за данные сутки.

На графике пунктирными линиями отмечаются границы допустимого интервала значений контрольной скорости счета, которые рассчитываются как:

$$S_{\kappa}^{\max}(t) = S_{\kappa}^0 \cdot (1 + \delta_{\kappa}) \cdot e^{-0.693 \cdot (t-t_0)/t_{1/2}}$$
$$S_{\kappa}^{\min}(t) = S_{\kappa}^0 \cdot (1 - \delta_{\kappa}) \cdot e^{-0.693 \cdot (t-t_0)/t_{1/2}}$$

где: S_{κ}^0 – значение контрольной скорости счета, определенное при последней поверке или при выпуске СИ;

t_0 – дата проведения последней калибровки (момент времени на который приведено значение S_{κ}^0);

t – дата измерения (позиция на оси абсцисс графика);

$t_{1/2}$ – период полураспада радионуклида в контрольном источнике (для радионуклида ^{90}Sr $T_{1/2}$ принимается равным 28.8 лет);

δ_{κ} - предельно допустимое относительное отклонение контрольной скорости счета от паспортного значения. Если в паспорте или свидетельстве о поверке не указано иначе следует принимать $\delta_{\kappa} = \delta K^{\max}$.

Отклонение скорости счета за пределы установленного диапазона является критерием, сигнализирующим о необходимости выполнения действий по выявлению и устранению причин отклонения.

Ж.3.2 Контроль стабильности коэффициента усиления спектрометра. Изменение коэффициента усиления спектрометра за время измерения не должно превышать 3 %. Контроль проводится посредством сравнения позиций контрольной точки на спектре, полученных при энергетической калибровке до и после измерения.

Любое измерение или серия измерений начинаются с энергетической калибровки. При длительной работе калибровка по энергии проводится не реже 1 раза в 4 часа. По завершении работы или в конце серии измерений также проводится энергетическая калибровка.

После каждой калибровки, кроме первой после включения (или первой перед серией измерений), рассчитывается относительный дрейф коэффициента усиления за период прошедший между двумя последовательными калибровками по энергии:

$$\delta_{K..Y.} = \frac{2 \cdot (Pos_n - Pos_{n-1})}{Pos_n + Pos_{n-1}} \cdot 100 \%$$

где Pos_n – позиция контрольной точки, полученная для текущего измерения;

Pos_{n-1} – позиция контрольной точки определенная при прошлой энергетической калибровке спектрометра.

В качестве контрольной точки выбирают позицию граничной энергии спектра ^{90}Y – 2280 кэВ, выводимую программой энергетической калибровки.

Если значение $\delta_{K..Y.}$ превышает 3 %, то дрейф коэффициента усиления за период между калибровками считается значимым и все измерения активности или фона, проведенные за этот период времени следует повторить.

Ж.4 Контроль стабильности фоновой скорости счета

В качестве величины, отражающей стабильность фоновых характеристик спектрометра, используют значение фоновой скорости счета в рабочем диапазоне энергий, либо значение фоновой скорости счета на первом (самом низкоэнергетичном) контрольном интервале, выводимое программой в режиме измерений фона.

Значение фоновой скорости счета S_{bg} фиксируют в рабочем журнале с указанием даты и времени измерения.

Ж.4.1 Опорное значение фоновой скорости счета определяют как среднее арифметическое по первым пяти измерениям фона.

$$\bar{S}_{bg} = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 S_{bg,i}$$

Расчитывают величину предельного отклонения результата измерения от опорного значения как:

$$\Delta S_{bg}^{max} = 3.3 * \sqrt{\bar{S}_{bg} / t_{bg}^{set}}$$

где t_{bg}^{set} – время единичного измерения фона в секундах, устанавливаемое при пуске измерения.

Ж.4.2 Значения скорости счета, получаемые при измерениях фона $S_{bg,i}$ отображают в виде точек на графике, по горизонтали которого отложен номер последовательного измерения фона i , а по вертикали – фоновая скорость счета $S_{bg,i}$. Под каждой точкой отмечают дату выполнения измерения.

На графике сплошными горизонтальными линиями отмечают уровень соответствующий опорному значению \bar{S}_{bg} и уровень предельно допустимого максимального $\bar{S}_{bg} + \Delta S_{bg}^{max}$ и минимального $\bar{S}_{bg} - \Delta S_{bg}^{max}$ значения. Пунктирными линиями на графике отмечают уровни предупреждения $\bar{S}_{bg} - 0.66 \cdot \Delta S_{bg}^{max}$ и $\bar{S}_{bg} + 0.66 \cdot \Delta S_{bg}^{max}$.

Ж.4.3 Индикатором значимого изменения фоновой скорости счета является либо

- появление на графике точки, выпадающей за коридор предельно допустимого отклонения, отмеченный сплошной линией, либо
- появление на графике двух идущих подряд точек, выпадающих за пределы коридора предупреждения, отмеченные пунктирными линиями.

В случае индикации значимых изменений фона следует немедленно провести еще одно измерение фонового спектра, и, если в результате этого измерения будут получены результаты, также выпадающие за пределы коридора предупреждения, следует принять меры по выявлению причин изменения фоновой скорости счета.

Ж.4.4 Если изменения фоновой скорости счета связаны с изменениями внешнего гамма-фона в помещении, то следует провести измерения фона без его усреднения с фоном, измеренным ранее (см. приложение В), и рассчитать новое опорное значение фоновой скорости счета \bar{S}_{bg} и значение предельного отклонения результата измерения ΔS_{bg}^{max} .

Новые отметки уровней $\bar{S}_{bg} \pm \Delta S_{bg}^{max}$ и $\bar{S}_{bg} \pm 0.66 \cdot \Delta S_{bg}^{max}$ либо наносят на график вместо старых отметок, либо начинают построение графика заново с пункта Ж.4.1.

Ж.5 Измерение образца хлористого калия

В качестве стандартного образца с известным значением активности может использоваться порошок хлористого калия. Удельная активность радионуклида ^{40}K в хлористом калии составляет 16,3 Бк/г. Квантовый выход бета частиц при распаде ^{40}K составляет 89 %, поэтому суммарная удельная бета-активность хлористого калия равна 14,5 Бк/г.

Ж.5.1 Для контроля достоверности измерений в режиме спектрометрических измерений $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$ используют навеску хлористого калия массой 10 ± 6 г. Образец распределяют по кювете аналогично тому, как это делается для счетных образцов, приготовленных из проб биологического происхождения и взвешивают. Затем проводят измерение в режиме спектрометрических измерений $^{90}\text{Sr}(\text{Y})$.

Результат измерения считается соответствующим опорному значению активности счетного образца, если первичный результат измерения удовлетворяет соотношениям:

$$Q_{90\text{Sr}}^0 - D_{90\text{Sr}} < Q_{90\text{Sr}} < Q_{90\text{Sr}}^0 + D_{90\text{Sr}}$$

$$Q_{40\text{K}}^0 - D_{40\text{K}} < Q_{40\text{K}} < Q_{40\text{K}}^0 + D_{40\text{K}}$$

где:

$Q_{90\text{Sr}}, Q_{40\text{K}}$ – измеренные значения удельной активности радионуклидов ^{90}Sr и ^{40}K ;
 $Q_{90\text{Sr}}^0, Q_{40\text{K}}^0$ – опорные значения удельной активности радионуклидов ^{90}Sr и ^{40}K из таблицы 4;

$D_{90\text{Sr}}, D_{40\text{K}}$ – допустимые отклонения от опорных значений из таблицы 4.

Ж.5.2 Для контроля достоверности измерений в режиме радиометрического измерения используют навеску хлористого калия массой 1 г. Образец распределяют по кювете аналогично тому, как это делается для счетных образцов, приготовленных из проб биологического происхождения и взвешивают. Затем проводят измерение в режиме радиометрического измерения суммарной бета-активности.

Результат измерения считается соответствующим опорному значению активности счетного образца, если первичный результат измерения удовлетворяет соотношениям:

$$Q_{\beta}^0 - D_{\beta} < Q_{\beta} < Q_{\beta}^0 + D_{\beta}$$

Где:

Q_{β} – измеренное значение удельной суммарной бета-активности;
 Q_{β}^0 – опорное значение удельной суммарной бета-активности из таблицы 4;
 D_{β} – допустимое отклонение от опорного значения из таблицы 4.

Приложение 3 (Справочное)

Предел детектирования и минимальная измеряемая активность

3.1 Настоящее приложение определяет порядок расчета предела детектирования и минимальной измеряемой активности.

порог детектирования: Условная величина, являющаяся характеристикой измерения и используемая для целей идентификации радионуклидного состава. Порог детектирования устанавливается таким образом, чтобы при измерении пробы, не содержащей данного радионуклида, в 95 % случаев результат измерения получался бы меньше порога детектирования.

предел детектирования: Условная величина, являющаяся характеристикой измерения и используемая для целей нормирования точности измерения. Предел детектирования определяется как наименьшее возможное значение активности радионуклидов в счетном образце, при котором с вероятностью 95 % в результате измерения будет получено значение, превышающее порог детектирования.

минимальная измеряемая активность, МИА [МИ 2453-2000]: Условный параметр для сравнения радиометрических установок, обозначающий активность (удельную активность) реперного (^{137}Cs , ^{90}Sr , и др.) радионуклида в счетном образце, при измерении которой на данной радиометрической установке за время экспозиции один час относительная случайная (статистическая) неопределенность результата измерений составляет 50 % при доверительной вероятности $P=0,95$

3.2 Значение минимальной измеряемой активности является характеристикой средства измерения и определяется один раз при градуировке радиометрической установки.

Значение предела детектирования является характеристикой точности измерения и для каждого конкретного измерения эта величина может принимать свое значение. Понятие предела детектирования определено в [ISO 11929-2010] и используется для целей нормирования точности измерения.

На момент написания методики стандарт [ISO 11929-2010] в России официально не переведен. При измерении проб биологического происхождения на предмет соответствия действующим в России требованиям радиационной безопасности расчет предела детектирования не является обязательным. Критерии нормирования точности формулируются без использования понятия предела детектирования, как это сделано в ГОСТ Р 54017-2010.

Однако, если предполагается использование результата измерения в системах нормирования других стран, лаборатория может приводить значение предела детектирования в качестве еще одной характеристики точности измерения.

3.3 Для расчета предела детектирования и минимальной измеряемой активности используется модель, согласно которой значение неопределенности для малых значений измеряемой величины (в диапазоне от 0 до удвоенного значения неопределенности) не зависит от значения измеряемой величины и определяется только уровнем внешнего фона:

$$U^{stat}(R_l) \approx Const \quad \text{для} \quad 0 < R_l < 2 \cdot U(R_l)$$

3.4 Значение предела детектирования R_l^{DL} для радионуклида l , определенное согласно ISO 11929 как решение уравнения $R_l^{DL} = 0.83 \cdot U(R_l = 0) + 0.83 \cdot U(R_l = A_l^{DL})$ рассчитывается по формуле:

$$R_l^{DL} = 1.66 \cdot U(R_l = 0)$$

где $U(R_l = 0)$ – неопределенность измерения гипотетического образца, содержащего все радионуклиды в тех же количествах, что и исследуемый образец за исключением радионуклида l (того, для которого проводится расчет предела детектирования) при тех же условиях измерения.

3.5 Величина $U(R_l = 0)$ рассчитывается программным обеспечением. Гипотетический спектр, который был бы зафиксирован от образца, содержащего те же радионуклиды что и исследуемый образец, за исключением радионуклида l , рассчитывают посредством вычитания из измеренного спектра образца вклада от излучения радионуклида l . Вклад от излучения радионуклида получают умножением определенного при калибровке установки спектра калибровочного источника от радионуклида l единичной активности $p_l(E)$ на значение активности этого радионуклида, полученное при обработке счетного образца. Расчет предела детектирования согласно указанному алгоритму проводится программным обеспечением Прогресс 5.2.

3.6 В случае, если первичный результат измерения удовлетворяет условию $0 < R_l < 2 \cdot U(R_l)$, значение предела детектирования может быть рассчитано без использования специального программного обеспечения как:

$$R_l^{DL} = 1.66 \cdot U(R_l)$$

где $U(R_l)$ – неопределенность измерения активности радионуклида l , рассчитанная программой обработки спектра.

3.7 Минимальная измеряемая активность является характеристикой установки или метода измерений и определяется один раз в стандартных условиях для счетного образца массой 10 г, не содержащего каких-либо радионуклидов (фоновой пробы) и времени экспозиции 1 час. Значение МИА рассчитывается как:

$$МИА_l = 2 \cdot U^{stat}(R_l)^{ф.п.}$$

где $U^{stat}(R_l)^{ф.п.}$ – значение статистической составляющей неопределенности измеряемой величины l , полученное в результате измерений фонового образца в течение 1 часа.

В качестве фонового образца может быть использован любой счетный образец массой 10 г, у которого измеренное значение активности для всех радионуклидов меньше чем неопределенность измерения $R_l < U(R_l)$.

УДК 53.082.79

Ключевые слова: радионуклиды бета-излучения, активность, удельная активность, спектрометр, ПО «ПРОГРЕСС»

Руководитель разработки: к.т.н. Антропов С.Ю.

Исполнители:

к.т.н. Ермилов А.П.

Ермилов С.А.

к.т.н. Комаров Н.А.

к.ф-м.н. Коростин С.В.

Утверждена: Свидетельство об аттестации методики измерений «Сцинтилляционный бета-спектрометр с программным обеспечением “Прогресс”. Методика измерения активности радионуклидов» № 40152.4Д362/01.00294 от 30 мая 2014 г.

Руководитель
предприятия-разработчика

Генеральный директор ООО «НТЦ Амплитуда _____ С.А. Ермилов