

На правах рукописи



ЖУКОВ Григорий Васильевич

**МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ
АКТИВНОСТИ ГАММА-ИЗЛУЧАЮЩИХ РАДИОНУКЛИДОВ**

Специальность

2.2.10 – «Метрология и метрологическое обеспечение»

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание учёной степени кандидата технических наук

**Научный руководитель –
к. ф-м. н. И.В. Алексеев**

**Санкт-Петербург
2025**

ОГЛАВЛЕНИЕ

ОГЛАВЛЕНИЕ	2
Введение	5
ГЛАВА 1. Анализ состояния метрологического обеспечения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов	12
1.1 Анализ неопределённости измерений активности гамма-излучающих радионуклидов ...	12
1.2 Анализ схемы передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов от государственного первичного эталона радиометрическим установкам (гамма-спектрометрам)	18
1.3 Состояние эталонной базы единицы активности гамма-излучающих радионуклидов и анализ метрологических характеристик существующих эталонов	21
1.3.1 Существующие вторичные эталоны, предназначенные для передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов	21
1.3.2 Существующие точечные радионуклидные источники фотонного излучения	23
1.4 Анализ калибровочных и измерительных возможностей ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и зарубежных национальных метрологических институтов в области измерений активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения.	37
1.5 Выводы к главе 1. Постановка цели и задач исследования.....	40
ГЛАВА 2. Научное обоснование применимости метода $4\pi\gamma$ -счёта для определения активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения и совершенствование метода воспроизведения единицы активности радионуклидов с его использованием	42
2.1 Теоретические основы метода $4\pi\gamma$ -счёта применительно к задаче определения активности радионуклидов в ГЭТ 6-2016.....	42
2.2 Реализация метода $4\pi\gamma$ -счёта на установке УЭА-7 в составе ГЭТ 6-2016.....	45
2.3 Совершенствование метода воспроизведения единицы активности радионуклидов	49
2.3.1 Разработка алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени при измерении активности радионуклидов	49
2.3.2 Определение чувствительности установки УЭА-7	53
2.4 Выводы к главе 2.....	57
ГЛАВА 3. Разработка и обоснование основных положений методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта	59
3.1 Модель измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта	59
3.2 Разработка счётных образцов для проведения экспериментальных исследований (верификации основных положений методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта)	63

3.3 Проведение экспериментальных исследований и составление бюджета неопределённости измерений активности радионуклидов, оценивание относительного суммарного СКО и доверительных границ относительной погрешности	65
3.4 Разработка методики измерений активности радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения методом $4\pi\gamma$ -счёта	79
3.5 Выводы к главе 3.....	81
ГЛАВА 4. Доказательство эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов различными методами, реализуемыми в ГЭТ 6-2016	83
4.1 Разработка принципов доказательства эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов различными методами, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, с использованием образцов активности и удельной активности радионуклидов	83
4.2 Международных ключевые сличения по удельной активности ^{60}Co в растворе и сличения установок из состава ГЭТ 6-2016, реализующих абсолютные методы измерения активности радионуклидов $4\pi\gamma$ -счёта и $4\pi\beta$ - γ -совпадений.....	86
4.3 Сличения установок из состава ГЭТ 6-2016, реализующих абсолютные методы измерения активности радионуклидов ($4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta$ - γ -совпадений, $4\pi\alpha$ - γ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта и КХ- γ -совпадений)	99
4.3.1 Сопоставление результатов измерений удельной активности радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta$ - γ -совпадений, $4\pi\alpha$ - γ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта	99
4.3.2 Сопоставление результатов измерений активности ^{54}Mn , ^{88}Y методами $4\pi\gamma$ -счёта и КХ- γ -совпадений.....	100
4.4 Выводы к главе 4.....	101
ГЛАВА 5. Разработка вторичных эталонов - точечных радионуклидных источников фотонного излучения и исследование их метрологических характеристик	102
5.1 Обоснование и выбор радионуклидов для создания вторичного эталона - точечных радионуклидных источников фотонного излучения	102
5.2 Испытания и определение метрологических характеристик вторичного эталона – точечных радионуклидных источников фотонного излучения типа ОСГИ-РТ в целях утверждения типа средств измерений	103
5.3 Бюджет неопределённости при передаче единицы активности радионуклида от вторичного эталона рабочему эталону 1 разряда	106
5.4 Внедрение вторичных эталонов ОСГИ-РТ для повышения точности калибровки гамма-спектрометров и обеспечения единства измерений путём передачи единицы активности радионуклидов нижестоящим эталонам по поверочной схеме от ГЭТ 6-2016.....	107
5.5 Выводы к главе 5.....	110
Заключение	112
Список сокращений.....	114
Список использованной литературы	116

Приложение А Государственная поверочная схема согласно ГОСТ 8.033-96	126
Приложение Б Государственная поверочная схема согласно приказа Росстандарта от 29.12.2018 № 2841.....	127
Приложение В Государственная поверочная схема согласно приказа Росстандарта от 30.12.2022 № 3341.....	128
Приложение Г Государственная поверочная схема согласно ГОСТ 8.033-2023.....	129
Приложение Е Акронимы для идентификации методов измерения	130

Введение

Актуальность темы исследования

Измерения активности радионуклидов широко востребованы в измерительной практике. Для определения энергии фотонного излучения, измерения активности радионуклидов, объёмной, удельной активности радионуклидов в жидкостях, почве, пищевых продуктах и др. применяют гамма-спектрометры. В Государственном реестре средств измерений зарегистрировано 179 типов гамма-спектрометров [1], которые применяются в атомной промышленности, медицине, радиоэкологии, науке и других областях [2]. Большинство из них используются для измерений в области государственного регулирования обеспечения единства измерений, где обязательным условием применения СИ является их поверка. Поверка СИ осуществляется в соответствии с поверочной схемой, во главе которой стоит государственный первичный эталон.

В атомной промышленности они используются для контроля качества ядерного топлива, а также для мониторинга радиационной обстановки на объектах атомной энергетики [3, 4]. В медицине гамма-спектрометры применяются для измерений активности радионуклидов при диагностике и лечении онкологических заболеваний с помощью радиофармпрепаратов, а также для исследования метаболизма помеченных радионуклидами веществ в организме человека [5, 6]. В центрах гигиены и эпидемиологии гамма-спектрометры используют для контроля пищевых продуктов [7]. Существует потребность в повышении точности измерений гамма-излучающих радионуклидов.

При измерениях активности гамма-излучающих радионуклидов спектрометрическим методом неопределённость измерений определяется прежде всего неопределённостью измерений активности радионуклидов в эталонном радионуклидном источнике, с помощью которого проводится калибровка спектрометра. Таким образом необходимо совершенствовать метрологическое обеспечение измерений активности гамма-излучающих радионуклидов.

Степень разработанности темы исследования

Необходимость в образцовых спектрометрических источниках гамма-излучения (точечных источниках фотонного излучения) обоснована в работе Юдина М.Ф., Кармалицына Н.И., Кочина А.Е., Сазоновой Т.Е., Фоминых В.И. Фролова Е.А., Хольновой Е.А. [8]. На практике широкое распространение получили точечные радионуклидные источники фотонного излучения типа ОСГИ-Р производства ЗАО «РИТВЕРЦ» [9], ОСГИ-3 производства АО «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина» [10], ОСГИ-А производства ООО «НТЦ Амплитуда» [11], ИМН-Г-1 производства ФГУП «ВНИИФТРИ» [12]. Все вышеперечисленные типы радионуклидных источников внесены в Государственный реестр средств измерений и выпускаются для выполнения функций рабочих эталонов единицы активности радионуклидов 1 и 2 разрядов.

На момент начала диссертационного исследования поле государственной поверочной схемы «Вторичные эталоны – радионуклидные источники альфа-, бета- и фотонного излучений» было заполнено только радионуклидными источниками в виде закрытых радионуклидных планарных источников бета-излучения типа СО ($^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$), альфа-излучения типа П9 (^{239}Pu), типа ОСАИ (на основе альфа-излучающих радионуклидов) [13]. Вторичные эталоны – точечные радионуклидные источники фотонного излучения отсутствовали, несмотря на то, что с их помощью возможна поверка рабочих эталонов 1 разряда единицы активности радионуклидов – радионуклидных источников фотонного излучения типа ОСГИ, а также существует потребность калибровки гамма-спектрометров с целью уменьшения неопределённости измерения активности радионуклидов.

В 2016 году после работ по совершенствованию, выполненными специалистами ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», утверждён государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016 [14] с обновлённым составом оборудования и улучшенными метрологическими характеристиками по сравнению с ГЭТ 6-95 [15]. В состав ГЭТ 6-2016 вошла установка УЭА-7, реализующая метод $4\pi\gamma$ -счёта измерений активности радионуклидов. Применение метода $4\pi\gamma$ -счёта для измерений активности радионуклидов описано S. Pomme, M. Woods, D. Reher, Y. Nedjadi, P. Spring, A. Pavlik, G. Winkler и другими [16-20]. Однако, до настоящего исследования метод $4\pi\gamma$ -счёта не применялся для измерений активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения.

Цель работы

Уменьшение относительной расширенной неопределённости воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов.

Основные задачи исследования

1. Анализ состояния метрологического обеспечения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов в точечной геометрии на гамма-спектрометрах.

2. Совершенствование воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов для снижения относительной неопределённости измерений активности гамма-излучающих радионуклидов и увеличения верхнего диапазона измерений.

3. Разработка принципов доказательства эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов различными методами, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, посредством сличения установок с подтверждёнными в международных ключевых сличениях измерительными возможностями.

4. Разработка, испытания и внедрение новых типов эталонов - точечных радионуклидных источников фотонного излучения, обеспечивающих поле вторичных эталонов для источников фотонного излучения государственной поверочной схемы с прослеживаемостью к ГЭТ 6-2016.

Область исследования

Соответствует пункту 5 «Совершенствование системы обеспечения единства измерений и метрологической инфраструктуры страны» и пункту 7 «Разработка и внедрение новых государственных эталонов единиц измерений величин, позволяющих существенно повысить единство и точность измерений» паспорта научной специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение» [21].

Научная новизна исследования

1. Разработаны принципы совершенствования воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов за счёт совместного применения точечных радионуклидных источников фотонного излучения, метода $4\pi\gamma$ -счёта и метода численного моделирования Монте-Карло, а также учёта мёртвого времени за счёт цифровой обработки сигнала, позволяющего увеличить диапазон воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов.

2. Разработана физико-математическая модель, реализующая разработанные принципы совершенствования воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов для точечных радионуклидных источников фотонного излучения.

3. Разработаны принципы доказательства эквивалентности воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta$ - γ -совпадений, $4\pi\alpha$ - γ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта, КХ- γ -совпадений, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, посредством сличения установок с подтверждёнными в международных ключевых сличениях измерительными возможностями.

Практическая значимость исследования

1. Созданы методические основы для воспроизведения единицы активности радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения методом $4\pi\gamma$ -счёта на ГЭТ 6-2016.

2. Созданы и внедрены в метрологическую практику вторичные эталоны - точечные радионуклидные источники фотонного излучения на основе 8 радионуклидов. Созданные эталоны обеспечивают поле вторичных эталонов для источников фотонного излучения государственной поверочной схемы с прослеживаемостью к ГЭТ 6-2016 и применяются метрологическими организациями для поверки рабочих эталонов 1-го и 2-го разрядов – радионуклидных источников фотонного излучения и радиометрических установок в соответствии с действующей государственной поверочной схемой.

3. Созданы основы для снижения в 1,5 раза неопределённости измерений активности гамма-излучающих радионуклидов в испытательных лабораториях, посредством применения при калибровке гамма-спектрометров вторичных эталонов ОСГИ-РТ.

4. Подтверждены измерительные возможности ГЭТ 6-2016 успешным участием в международных ключевых сличениях VIPM.RI(II)-K1.Co-60 по измерению удельной активности ^{60}Co в растворе.

Внедрение результатов работы

Разработанная методика измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта на установке УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016 внедрена в отделе измерений ионизирующих излучений ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в виде методики калибровки СК 03-210-МК/39-22-С «Методика калибровки радионуклидных источников фотонного излучения в единице активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта».

По состоянию на 01.10.2024 точечные радионуклидные источники фотонного излучения ОСГИ-РТ, внесённые в реестр средств измерений (номер в ФИФ ОЕИ 74005-19) и обеспечивающие поле вторичных эталонов для источников фотонного излучения государственной поверочной схемы с прослеживаемостью к ГЭТ 6-2016, применяются в качестве вторичных эталонов активности радионуклидов общим количеством 52 экземпляра в восьми организациях.

Методология и методы диссертационного исследования

При диссертационном исследовании применялись: теоретический анализ метрологического обеспечения в области измерений активности гамма-излучающих радионуклидов и экспериментальные методы при исследовании метрологических характеристик образцов для международных ключевых сличений по удельной активности ^{60}Co в растворе, образцов для сличений абсолютных методов измерений активности ^{54}Mn , ^{88}Y , удельной активности ^{241}Am , ^{137}Cs , ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , а также вторичных эталонов – точечных радионуклидных источников фотонного излучения.

Положения, выносимые на защиту

1. Воспроизведение единицы активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта, основанное на алгоритме обработки преобразованного аналогового сигнала, поступающего со сцинтилляционных детекторов, в цифровой разбиейем сигнала на последовательность дискретных точек во времени для определения скорости счёта импульсов, учитывающее процессы взаимодействия излучения радионуклидов с веществом путём определения чувствительности методом численного моделирования Монте-Карло, обеспечивает определение метрологических характеристик точечных радионуклидных источников фотонного излучения в

диапазоне значений от $1 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^5$ Бк с относительной расширенной неопределённостью ($k=2$) измерений от 0,8 % до 5 % для 23 радионуклидов.

2. Передача единицы активности гамма-излучающих радионуклидов для точечных радионуклидных источников фотонного излучения от ГЭТ 6-2016 с помощью вторичных эталонов – точечных радионуклидных источников фотонного излучения позволяет в 1,5 раза уменьшить относительную расширенную неопределённость измерений активности гамма-излучающих радионуклидов с обеспечением перекрытия энергетического диапазона типовых гамма-спектрометров.

3. Эквивалентность воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта и методами $4\pi\beta$ - γ -совпадений, $4\pi\alpha$ - γ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта, КХ- γ -совпадений, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, доказана с помощью образцов на основе ^{60}Co , ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am , ^{137}Cs , ^{54}Mn и ^{88}Y посредством сличения установок с подтверждёнными в международных ключевых сличениях измерительными возможностями.

Степень достоверности полученных результатов

Достоверность научных результатов, полученных в ходе диссертационного исследования базируется на адекватности применённой математической модели измерений, корректной инструментальной реализации метода $4\pi\gamma$ -счёта при разработке и определении метрологических характеристик вторичных эталонов – точечных радионуклидных источников фотонного излучения, а также подтверждением степени эквивалентности Государственного первичного эталона ГЭТ 6-2016 эталонам национальных метрологических институтов других государств в рамках международных ключевых сличений.

Личный вклад автора

Автором самостоятельно проведён анализ состояния метрологического обеспечения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов в точечной геометрии спектрометрическим методом, в том числе проведён анализ неопределённости измерений активности гамма-излучающих радионуклидов; анализ схемы передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов от государственного первичного эталона ГЭТ 6-2016 радиометрам (гамма-спектрометрам). Автором выполнен обзор состояния эталонной базы единицы активности гамма-излучающих радионуклидов и проведён анализ метрологических характеристик существующих эталонов, а также калибровочных и измерительных возможностей ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и зарубежных национальных метрологических институтов в области измерений активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения.

Автором проведено научное обоснование применимости метода $4\pi\gamma$ -счёта, реализованного на установке УЭА-7 в составе ГЭТ 6-2016, для воспроизведения активности радионуклидов в

точечных источниках фотонного излучения и выполнено его совершенствование, позволившего уменьшить неопределённость измерений активности радионуклидов и увеличить верхний диапазон измерений.

Автором разработаны основные положения методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта; разработаны счётные образцы и лично проведены экспериментальные исследования с составлением бюджета неопределённости измерений активности радионуклидов, оцениванием относительного суммарного СКО и доверительных границ относительной погрешности. Автором разработана методика измерений активности радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения методом $4\pi\gamma$ -счёта.

Автором разработаны и реализованы принципы доказательства эквивалентности воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\alpha\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта, КХ- γ -совпадений, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, посредством сличения установок с подтверждёнными в международных ключевых сличениях измерительными возможностями используя образцы удельной активности ^{60}Co , ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am и ^{137}Cs и активности ^{54}Mn и ^{88}Y .

Автором проведён выбор радионуклидов для создания вторичного эталона - точечных радионуклидных источников фотонного излучения. Автором проведены испытания и определение метрологических характеристик вторичного эталона единицы активности радионуклидов – точечных радионуклидных источников фотонного излучения типа ОСГИ-РТ в целях утверждения типа средств измерений.

Апробация результатов исследования

Основные результаты диссертационной работы представлены на конференциях:

- 24-й международный семинар «Спектрометрический анализ. Аппаратура и обработка данных на ПЭВМ», г. Обнинск Калужской области, ноябрь 2017;
- 25-й международный семинар «Спектрометрический анализ. Аппаратура и обработка данных на ПЭВМ», г. Обнинск Калужской области, ноябрь 2018;
- международная научно-техническая конференция «Метрология-2019», БелГИМ, г. Минск, Беларусь, март 2019;
- международная научно-техническая конференция «Ядерное приборостроение. Актуальные вопросы разработки, производства, эксплуатации. Метрология ионизирующих излучений», Росатом, г. Сочи, октябрь 2019;
- 26-й международный семинар «Спектрометрический анализ. Аппаратура и обработка данных на ПЭВМ», АНО ДПО «Техническая академия Росатома», г. Обнинск Калужской области, ноябрь 2019;

– научно-техническая конференция «Ядерное приборостроение: история, современность, перспективы», АО «СНИИП», Москва, октябрь 2022.

– 21-е заседание ТК 1.9 «Ионизирующие излучения и радиоактивность», Республика Узбекистан, г. Ташкент, октябрь 2024.

– III Всероссийский конгресс «Ядерная медицина – 2024», Санкт-Петербург, декабрь 2024.

Публикации

Материалы диссертационного исследования опубликованы в 6 печатных работах, в том числе, 5 статей опубликованы в ведущих научных журналах, рекомендованных ВАК, из них 1 без соавторов.

Структура и объём диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка сокращений, приложений и списка литературы, включающего 92 библиографических ссылки. Общий объём работы составляет 131 страницу машинописного текста, включая 49 рисунков, 43 таблицы.

ГЛАВА 1. Анализ состояния метрологического обеспечения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов

1.1 Анализ неопределённости измерений активности гамма-излучающих радионуклидов

Измерения активности радионуклидов широко востребованы в измерительной практике. В Государственном реестре средств измерений зарегистрировано 179 типов гамма-спектрометров [1], которые применяются в атомной промышленности, медицине, радиоэкологии, науке и других областях [2]. Большинство из них используются для измерений в области государственного регулирования обеспечения единства измерений, где обязательным условием применения СИ является их поверка. Поверка СИ осуществляется в соответствии с поверочной схемой, во главе которой стоит государственный первичный эталон.

Для определения энергии фотонного излучения, измерения активности радионуклидов, объёмной, удельной активности радионуклидов в жидкостях, почве, пищевых продуктах и др. применяют гамма-спектрометры. В атомной промышленности они используются для контроля качества ядерного топлива, а также для мониторинга радиационной обстановки на объектах атомной энергетики [3, 4]. В медицине гамма-спектрометры применяются для измерений активности радионуклидов при диагностике и лечении онкологических заболеваний с помощью радиофармпрепаратов, а также для исследования метаболизма помеченных радионуклидами веществ в организме человека [5, 6]. В центрах гигиены и эпидемиологии гамма-спектрометры используют для контроля пищевых продуктов [7].

Принцип работы гамма-спектрометра основан на взаимодействии гамма-квантов с материалом детектора. При прохождении через вещество гамма-кванты могут взаимодействовать с электронами атомов, вызывая процессы фотоэффекта, комптоновского рассеяния и образования электрон-позитронных пар. В результате этих процессов образуются вторичные заряженные частицы (электроны и позитроны), которые регистрируются детекторами гамма-спектрометра.

Гамма-спектрометр характеризуется двумя основными параметрами: разрешающей способностью и эффективностью. Разрешающая способность определяет возможность разделения двух близко расположенных линий гамма-излучения, а эффективность характеризует долю зарегистрированных гамма-квантов от общего количества, попадающего в детектор. Существуют два типа гамма-спектрометров: сцинтилляционные и полупроводниковые. Сцинтилляционные спектрометры состоят из сцинтиллятора (вещества, преобразующего энергию гамма-квантов в световые вспышки) и фотоэлектронного умножителя, преобразующего световые вспышки в электрические импульсы. Полупроводниковые гамма-спектрометры

используют монокристаллы германия для регистрации электронов, образованных гамма-квантами.

Современный гамма-спектрометр состоит из полупроводникового или сцинтилляционного детектора, сигнал с которого поступает на предусилитель и далее на спектрометрический усилитель импульсов. Спектрометрический сигнал с усилителя анализируется многоканальным анализатором с числом каналов не менее 1000. Результаты анализа, так называемые аппаратные спектры, обрабатываются соответствующим программным обеспечением. Измеряемый радионуклидный источник устанавливается на определённом расстоянии от входного окна детектора, которое и определяет геометрию измерений. Стандартными геометриями, наиболее часто используемыми в лабораториях, являются точечная геометрия, геометрия сосуда Маринелли и чашки Петри. Для защиты от внешнего гамма-излучения детекторы размещаются в защитных контейнерах из свинца, меди, вольфрама.

Точечная геометрия представляет из себя точечный радионуклидный источник, расположенный, как правило, на продольной оси детектора (рисунок 1). В этой геометрии измерений расстояние между радионуклидным источником и детектором должно значительно превышать размеры источника. Форма и габариты источника не играют существенной роли. Эффективность или чувствительность для радионуклида в точечной геометрии определяется для конкретного расстояния между радионуклидным источником и детектором.

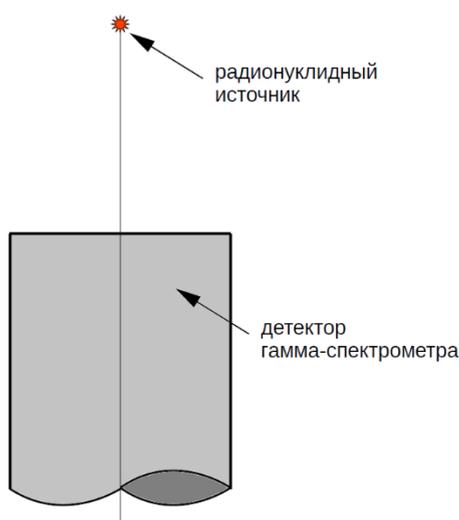


Рисунок 1 – Точечная геометрия

Поверку и калибровку гамма-спектрометров осуществляют с помощью точечных радионуклидных источников фотонного излучения типа ОСГИ – рабочих эталонов 1-го и 2-го разряда.

Измерения активности радионуклидов на гамма-спектрометре выполняют относительным методом. Для любого относительного метода измерения активности радионуклидов используют общую формулу [8]:

$$A = A_0 \frac{I}{I_0}, \quad (1)$$

где A_0 – активность радионуклида в эталоне;

I_0 и I – отклики детектора (скорость счёта импульсов), вызываемые эталонным радионуклидным источником и калибруемым (поверяемым) источником, соответственно.

При присутствии в счётном образце, то есть в объекте, с которым производится процедура измерения, только одного радионуклида, активность радионуклида вычисляется по формуле

$$A = \frac{\bar{n}_{\text{ист}} - n_{\phi}}{\eta}, \quad (2)$$

где $\bar{n}_{\text{ист}}$ – среднее значение скорости счёта импульсов от радионуклидного источника, с^{-1} ;

n_{ϕ} – скорость счёта импульсов фона, с^{-1} ;

η – чувствительность гамма-спектрометра для данного радионуклида и используемой геометрии, $\text{с}^{-1} \cdot \text{Бк}$.

Чувствительность определяют при калибровке гамма-спектрометра по следующей формуле

$$\eta = \frac{\bar{n}_0 - n_{\phi}}{A_0 \cdot K_{\text{даты}}}, \quad (3)$$

где \bar{n}_0 — среднее значение скорости счёта импульсов от эталонного радионуклидного источника, с^{-1} ;

n_{ϕ} — скорость счёта импульсов фона, с^{-1} ;

A_0 — активность эталонного радионуклидного источника, Бк;

$K_{\text{даты}}$ — поправка на распад радионуклида при приведении активности радионуклида к временной метке выполнения измерения, отн. ед., рассчитываемая по формуле

$$K_{\text{даты}} = 2^{\frac{\Delta t}{T_{1/2}}}, \quad (4)$$

где Δt – промежуток времени между датой измерения и датой, на которую рассчитывается активность радионуклида, сут.;

$T_{1/2}$ – период полураспада радионуклида, сут.

В таблице 1 приведён пример бюджета неопределённости измерения чувствительности гамма-спектрометра к радионуклидам с помощью радионуклидных источников – рабочих эталонов 1 и 2 разрядов типа ОСГИ.

Таблица 1 – Пример бюджета неопределённости измерений чувствительности гамма-спектрометра

Источник неопределённости	Относительная стандартная неопределённость, %	Коэффициент чувствительности	Вклад в суммарную стандартную неопределённость
Скорость счёта импульсов от эталонного радионуклидного источника \bar{n}_0	не более 1,0	$\frac{\bar{n}_0}{\bar{n}_0 - n_\phi}$	от 0,1 до 1,0
Фоновая скорость счёта импульсов \bar{n}_ϕ	не более 3	$\frac{n_\phi}{\bar{n}_0 - n_\phi}$	не более 0,1
Активность эталонного радионуклидного источника A_0	от 1,7 до 4	1	от 1,7 до 4
Поправка на распад радионуклида при приведении активности на дату $K_{\text{даты}}$	от 0,12 до 0,4	$\ln 2 \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}}$	не более 0,2
Относительная суммарная стандартная неопределённость $u_c(\eta)$			от 1,7 до 4
Относительная расширенная неопределённость для $k = 2$			от 3,4 до 8

В случае, когда в счётном образце присутствует несколько гамма-излучающих радионуклидов или чувствительность для измеряемого радионуклида не определена, пользуются следующей формулой: [8]:

$$A(E_i) = \frac{n(E_i) - n_{\text{фон}}(E_i)}{\varepsilon(E_i) \cdot I(E_i)} \cdot K_p \cdot K_{\text{даты}}, \quad (5)$$

где $n(E_i)$ – скорость счёта импульсов в пике с энергией E_i , с^{-1} ;

$n_{\text{фон}}(E_i)$ – фоновая скорость счёта импульсов в пике с энергией E_i , с^{-1} ;

$\varepsilon(E_i)$ – эффективность для геометрии измерения и энергии E_i , отн. ед.;

$I(E_i)$ – вероятность возникновения гамма-излучения с энергией E_i при распаде радионуклида (квантовый выход), отн. ед.;

$K_p = \frac{\ln(2) \cdot \frac{t_{\text{изм}}}{T_{1/2}}}{1 - e^{-\ln(2) \cdot \frac{t_{\text{изм}}}{T_{1/2}}}}$ поправка на распад радионуклида за время измерения, отн. ед.;

$t_{\text{изм}}$ – время проведения измерения, сут..

Эффективность регистрации гамма-излучения $\varepsilon(E_i)$, отн. ед., при калибровке гамма-спектрометра определяют по формуле

$$\varepsilon(E_i) = \frac{\bar{n}_{\text{ист}}(E_i) - n_\phi(E_i)}{A_0 \cdot K_{\text{даты}} \cdot I(E_i)}, \quad (6)$$

где $\bar{n}_{\text{ист}}(E_i)$ — среднее арифметическое значение скорости счёта импульсов в области пика полного поглощения фотонов с энергией E_i , с^{-1} ;

$n_{\phi}(E_i)$ — скорость счёта импульсов фона в диапазоне каналов анализатора, в котором ранее были определены значения $n_{ист j}(E_i)$, c^{-1} ;

$I(E_i)$ — вероятность возникновения гамма-излучения с энергией E_i при распаде радионуклида (квантовый выход), отн. ед..

В результате калибровки можно оценить методом интерполяции значение эффективности для любой энергии регистрируемых фотонов. Это позволяет измерять активность любых радионуклидов, излучающих фотоны, в калиброванном рабочем диапазоне спектрометра.

Для радионуклидов, распад которых сопровождается испусканием нескольких гамма-квантов различных энергий, вычисляют взвешенное среднее значение активности радионуклида \tilde{A} , Бк, по формуле

$$\tilde{A} = \frac{\sum_{i=1}^q (W(E_i) \cdot A(E_i))}{\sum_{i=1}^q W(E_i)}, \quad (7)$$

где q – количество значимых энергетических линий;

$W(E_i)$ – коэффициент веса значения активности радионуклида, рассчитанного для энергетической линии E_i , вычисляемый по формуле

$$W(E_i) = \frac{1}{u_c(A(E_i))^2}, \quad (8)$$

где $u_c(A(E_i))$ – суммарная относительная стандартная неопределённость измерения активности радионуклида для энергетической линии E_i .

В таблице 2 приведён пример бюджет неопределённости измерения активности радионуклида по одной энергетической линии, в таблице 3 бюджет неопределённости измерения активности радионуклида по нескольким энергетическим линиям при измерении активности радионуклидов в диапазоне значений от $1 \cdot 10^2$ до $1 \cdot 10^6$ Бк.

Таблица 2 – Пример бюджета неопределённости измерений активности радионуклида по одной энергетической линии.

Величина x_i	Относительная стандартная неопределённость $\frac{u(x_i)}{x_i}$	Коэффициент чувствительности, $c_i\left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{x_i}{y}\right)$	Вклад в суммарную стандартную неопределённость, %
Скорость счёта импульсов от радионуклидного источника, $n(E_i)$	$\frac{u(n(E_i))}{n(E_i)} = \frac{1}{\sqrt{N}}$, где N – количество импульсов в пике с энергией E_i , набранное за время измерения, имп.	$\frac{n(E_i)}{n(E_i) - n_\phi(E_i)}$	от 0,1 до 1,0
Фоновая скорость счёта импульсов, $n_\phi(E_i)$	$\frac{u(n_\phi(E_i))}{n_\phi(E_i)} = \frac{1}{\sqrt{N_\phi}}$, где N_ϕ – количество фоновых импульсов в пике с энергией E_i , набранное за время измерения фона, имп.	$\frac{n_\phi(E_i)}{n(E_i) - n_\phi(E_i)}$	от 0,01 до 0,3
Эффективность регистрации, ϵ	$\frac{u(E_i)}{\epsilon}$	1	от 1,7 до 4
Квантовый выход, $I(E_i)$	$\frac{u(E_i)}{I(E_i)}$	1	от $5 \cdot 10^{-4}$ до 1,4
Поправка на распад при приведении на дату измерений, $2^{\frac{\Delta t}{T_{1/2}}}$	$\frac{u(T_{1/2})}{T_{1/2}}$	$\ln 2 \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}}$	не более 0,2
Относительная суммарная стандартная неопределённость			от 1,7 до 4,4
Относительная расширенная неопределённость с коэффициентом охвата $k=2$			от 3,4 до 8,7

Таблица 3 – Бюджет неопределённости измерения активности радионуклида по нескольким энергетическим линиям.

Величина	Относительная стандартная неопределённость $\frac{u(x_i)}{x_i}$	Коэффициент чувствительности, $c_i\left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{x_i}{y}\right)$	Вклад в суммарную стандартную неопределённость, %
Взвешенное среднее вычисления активности радионуклида, \tilde{A}	Максимальное значение из $u_p(\tilde{A})$ и $u_b(\tilde{A})$, вычисляемых по формулам: $u_p(\tilde{A}) = \frac{1}{\tilde{A}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^q (W(E_i)(A_i - \tilde{A})^2)}{(q-1) \sum_{i=1}^q W(E_i)}}$ $u_b(\tilde{A}) = \frac{1}{\sqrt{\sum_{i=1}^q W(A(E_i))}}$	1	от 1,5 до 4,1
Относительная суммарная стандартная неопределённость			от 1,5 до 4,1
Относительная расширенная неопределённость с коэффициентом охвата $k=2$			от 3,0 до 8,2

Как следует из таблиц 2 и 3, при относительных измерениях активности радионуклидов на калиброванных гамма-спектрометрах неопределённость измерений активности радионуклидов определяется прежде всего неопределённостью измерений активности радионуклидов в эталонном радионуклидном источнике, с помощью которого проводилась калибровка гамма-спектрометра и определялась эффективность регистрации фотонов. Неопределённость передачи размера единицы с помощью гамма-спектрометра значительно меньше.

1.2 Анализ схемы передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов от государственного первичного эталона радиометрическим установкам (гамма-спектрометрам)

Государственный первичный эталон ГЭТ 6-2016

Государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016 утверждён в 2016 году [14] с обновлённым составом оборудования и улучшенными метрологическими характеристиками [15] по сравнению с ГЭТ 6-95. Держатель эталона – научно-исследовательский отдел измерений ионизирующих излучений ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Государственный первичный эталон ГЭТ 6-2016 состоит из комплекса оборудования и комплекта радионуклидных источников [23]:

- установка УЭАП-1 со счётчиками бета-излучения для воспроизведения единиц активности бета-излучающих радионуклидов и потока (внешнего излучения) бета-частиц методом 4π бета-счёта;

- установка УЭАПП-2 со счётчиками альфа-излучения для воспроизведения единиц активности альфа-излучающих радионуклидов и потока (внешнего излучения) альфа-частиц методами 2πα-счёта и определённого телесного угла;

- установка УЭА-3 со счётчиками альфа-, бета-, гамма и рентгеновского излучения для воспроизведения единицы активности радионуклидов со сложными схемами распада методом совпадений;

- установка УЭА-4 с ионизационной камерой для воспроизведения единицы активности радионуклидов в источниках гамма-излучения ионизационным методом;

- установка УЭА-5 с калориметром для воспроизведения единицы активности радионуклидов в источниках фотонного излучения калориметрическим методом;

- установка УЭА-6 с альфа- бета- счётчиком на основе жидкого сцинтиллятора, реализующая метод отношения двойных и тройных совпадений (TDCR) для воспроизведения единицы удельной активности альфа- и бета- излучающих радионуклидов;

- установка УЭА-7 со сцинтиллятором для воспроизведения единицы активности радионуклидов в источниках гамма-излучения методом 4πγ-счёта;

- комплект источников бета-излучения на основе радионуклидов $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ типа CO;

- весы электронные МЕТТЛЕР АЕ 240.

При совершенствовании первичного эталона в его состав были включены новые установки и средства измерений:

- установки, созданные в процессе модернизации первичного эталона: УЭА-6, УЭА-7;

- комплект источников бета-излучения на основе радионуклидов $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ типа СО;

- весы.

Государственная поверочная схема

Государственная поверочная схема (далее – ГПС) согласно [24] приведена в приложении А.

Государственная поверочная схема согласно [25], введённая в действие с 30 апреля 2019 г., приведена в приложении Б.

Упрощённый вид государственной поверочной схемы согласно [24] и [25] представлен на рисунке 2.

Первичный эталон	ГЭТ 6-95 Государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников			
Вторичные эталоны				
Рабочие эталоны 1 разряда	Радионуклидные источники альфа-, бета- и фотонного излучений	Растворы радионуклидов	Радиометрические установки	Радионуклидные источники специального назначения
Рабочие эталоны 2 разряда				
Средства измерений	Радионуклидные источники, СИ активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, радиометрические установки, радионуклидные источники специального назначения и др.			

Рисунок 2 – Упрощённый вид государственной поверочной схемы согласно ГОСТ 8.033-96 и приказа Росстандарта от 29.12.2018 № 2841

Государственная поверочная схема согласно [26], введённая в действие с 01 февраля 2023 г. приведена в приложении В.

Государственная поверочная схема согласно [22], действующая с 06 сентября 2023 г., приведена в приложении Г.

Упрощённый вид государственной поверочной схемы согласно [22] и [26] представлен на рисунке 3.

Первичный эталон	ГЭТ 6-2016 Государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников		
Вторичные эталоны	Радионуклидные источники альфа-, бета- и фотонного излучений	Радиометрические установки	Радионуклидные источники специального назначения. Стандартные образцы активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов
Рабочие эталоны 1 разряда			
Рабочие эталоны 2 разряда			
Средства измерений	Радионуклидные источники, СИ активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, радиометрические установки, радионуклидные источники специального назначения и др.		

Рисунок 3 – Упрощённый вид государственной поверочной схемы согласно приказа Росстандарта от 30.12.2022 № 3341 и ГОСТ 8.033-2023

Хронологический порядок действия государственных поверочных схем приведён в таблице 4 [22, 24-26].

Таблица 4 – Хронологический порядок действия ГПС

Государственная поверочная схема	Период действия
ГОСТ 8.033-96	с 01.01.1997 до 30.04.2019
ГПС согласно Приказу Росстандарта от 29.12.2018 № 2841	с 30.04.2019 до 01.02.2023
ГПС согласно Приказу Росстандарта от 30.12.2022 № 3341	с 01.02.2023 до 21.11.2023
ГОСТ 8.033-2023	с 06.09.2023 по настоящее время

В соответствии с государственной поверочной схемой передача единицы активности гамма-излучающих радионуклидов от первичного эталона средствам измерений – радиометрам и гамма-спектрометрам возможна с помощью эталонов – радионуклидных источников гамма-излучения и радиометрических установок (гамма-спектрометров) по соответствующим путям передачи единицы величины, однако, на момент начала диссертационного исследования не все поля поверочной схемы были обеспечены соответствующей эталонной базой.

1.3 Состояние эталонной базы единицы активности гамма-излучающих радионуклидов и анализ метрологических характеристик существующих эталонов

1.3.1 Существующие вторичные эталоны, предназначенные для передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов

Перечень вторичных эталонов единиц активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников в РФ по состоянию на начало проведения диссертационного исследования приведён в таблице 5.

Таблица 5 – Перечень вторичных эталонов РФ

Регистрационный номер (владелец)	Наименование
Радионуклидные источники альфа-излучения	
2.1.ZZB.0138.2015 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)	Государственный вторичный эталон единиц активности радионуклидов в диапазоне от $1 \cdot 10^1$ до $2 \cdot 10^6$ Бк и потока альфа-частиц радионуклидных источников в диапазоне от 5 до $8 \cdot 10^5$ с ⁻¹ . Комплект источников альфа-излучения на основе радионуклида плутоний-239 (ГВЭТ 6-3)
2.1.ZZT.0098.2013 (ФГУП «ВНИИФТРИ»)	Государственный вторичный эталон единиц активности и внешнего альфа-излучения. Набор эталонных источников альфа-излучения из плутония-239 типов 1П9-6П9
2.1.ZZT.0265.2017 (ФГУП «ВНИИФТРИ»)	Государственный вторичный эталон единиц активности радионуклидов в диапазоне значений от 45 до 500 Бк, потока альфа-частиц в диапазоне значений от 20 до 240 с ⁻¹
2.1.ZZT.0266.2017 (ФГУП «ВНИИФТРИ»)	Государственный вторичный эталон единиц активности радионуклидов в диапазоне значений от 4,6 до 473 Бк, потока альфа-частиц в диапазоне значений от 2,0 до 230 с ⁻¹
2.1.ZTT.1869.2016 (ФБУ «Ростест-Москва»)	Государственный вторичный эталон единицы активности радионуклидов альфа-излучения в диапазоне значений от 10 до $1 \cdot 10^8$ Бк и потока внешнего альфа-излучения в диапазоне значений от 5 до $1 \cdot 10^7$ частиц/с
ВЭ-27-15 (ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны России)	Вторичный эталон единицы активности радионуклидов
Радионуклидные источники бета-излучения	
2.1.ZZB.0139.2015 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)	Государственный вторичный эталон единиц активности в диапазоне от $5 \cdot 10^1$ до $1 \cdot 10^8$ Бк и потока бета-частиц радионуклидных источников в диапазоне от $2 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^7$ с ⁻¹ . Комплект источников бета-излучения на основе радионуклидов стронций-90 и иттрий-90 (ГВЭТ 6-7)
2.1.ZZT.0096.2013 (ФГУП «ВНИИФТРИ»)	Государственный вторичный эталон единиц активности и внешнего бета-излучения. Набор эталонных источников бета-излучения из Sr-90+Y-90 типов 1СО — 6СО

Продолжение таблицы 5

Регистрационный номер (владелец)	Наименование
2.1.ZTT.1870.2016 (ФБУ «Ростест-Москва»)	Государственный вторичный эталон единицы активности радионуклидов бета-излучения в диапазоне значений от 10 до $1 \cdot 10^8$ Бк и потока внешнего бета-излучения в диапазоне значений от 5 до $2,5 \cdot 10^7$ частиц/с
2.1.VXH.0022.2020 (ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны России)	Вторичный эталон единицы активности радионуклидов ВЭ-27-15 (набор радионуклидных источников типа СО)
Радионуклидные источники гамма-излучения	
2.1.ZZB.0233.2017 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)	Государственный вторичный эталон единицы активности радионуклидов в диапазоне значений от $3 \cdot 10^6$ до $6 \cdot 10^{10}$ Бк
2.1.ZZB.0234.2017 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)	Государственный вторичный эталон единицы активности радионуклидов в диапазоне значений от $1 \cdot 10^5$ до $4 \cdot 10^8$ Бк
Радиометрические установки	
2.1.ZZB.0145.2015 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)	Государственный вторичный эталон единицы активности гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне от $1 \cdot 10^1$ до $1 \cdot 10^6$ Бк (ГВЭТ 6-12)
2.1.ZZB.0141.2015 (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)	Государственный вторичный эталон единицы активности радионуклидов в диапазоне от $1 \cdot 10^6$ до $5 \cdot 10^9$ Бк. Радиометр-дозкалибратор FIDELIS
2.1.ZZT.0017.2016 (ФГУП «ВНИИФТРИ»)	Государственный вторичный эталон единиц активности радионуклидов в диапазоне значений от 10 до $1 \cdot 10^6$ Бк, потока фотонов радионуклидных источников в диапазоне значений от 5 до $5 \cdot 10^4$ с ⁻¹
2.1.ZZT.0213.2016 (ФГУП «ВНИИФТРИ»)	Государственный вторичный эталон единицы активности радионуклидов в диапазоне от 40 до $4 \cdot 10^5$ Бк
2.1.БЛХ.0001.2014 (АО «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина»)	Вторичный эталон единиц активности и внешнего излучения альфа-излучающих радионуклидов на базе спектрометра энергии альфа-излучения с импульсной ионизационной камерой СЭА-ИК
ВЭ-27-15 (ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны России)	Вторичный эталон единицы активности радионуклидов ВЭ-27-15 (установки для воспроизведения единицы активности альфа-излучающих радионуклидов, единицы внешнего излучения бета-излучающих радионуклидов, гамма-спектрометр)

Из представленного выше перечня вторичных эталонов на момент начала диссертационного исследования только 3 вторичных эталона позволяли производить поверку (калибровку) рабочих эталонов 1 разряда - радионуклидных источников с гамма-излучающими

радионуклидами в конструктиве точечных источников фотонного излучения типа ОСГИ методом прямых измерений:

рег. № 2.1.ZZB.0145.2015, владелец ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», на основе спектрометра гамма-излучения DSPec GEM25P4-70;

рег. № 2.1.ZZT.0017.2016, владелец ФГУП «ВНИИФТРИ», на основе спектрометров гамма-излучения GEM-10815 и GEM15P4-70;

рег. № ВЭ-27-15, владелец ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны России, на основе полупроводникового гамма-спектрометра.

Поле ГПС «Вторичные эталоны – радионуклидные источники альфа-, бета- и фотонного излучений» по состоянию на 01.01.2018 было заполнено только радионуклидными источниками бета-излучения типа СО ($^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$), альфа-излучения типа П9 (^{239}Pu) и ОСАИ (на основе альфа-излучающих радионуклидов). Вторичные эталоны на основе точечных радионуклидных источников фотонного излучения отсутствовали.

1.3.2 Существующие точечные радионуклидные источники фотонного излучения

Точечные радионуклидные источники фотонного излучения иностранного производства выпускаются Eckert & Ziegler Nuclitec GmbH (Германия) [27], LEA - Laboratoire d'Etalons d'Activité (Франция) [28] и Eurostandard CZ s.r.o. (Чехия) [29]. Ниже представлено их описание и метрологические характеристики.

Радионуклидные источники производства Eckert & Ziegler Nuclitec GmbH

За исключением источников с ^{226}Ra , ^{241}Am и ^{210}Pb , радионуклид находится в ионообменном шарике диаметром примерно 1 мм. Шарик закреплён внутри прочного пластикового диска диаметром 25 мм и толщиной 3 мм. Шарик виден и расположен в геометрическом центре источника.

Для ^{241}Am и ^{210}Pb активный компонент выполнен в виде керамического шарика. Ионообменный шарик с ^{226}Ra закреплён внутри пластикового диска толщиной 6 мм. Такая конструкция уменьшает возможность выделения газообразного радона при распаде ^{226}Ra . На рисунке 4 показан внешний вид радионуклидных источников.

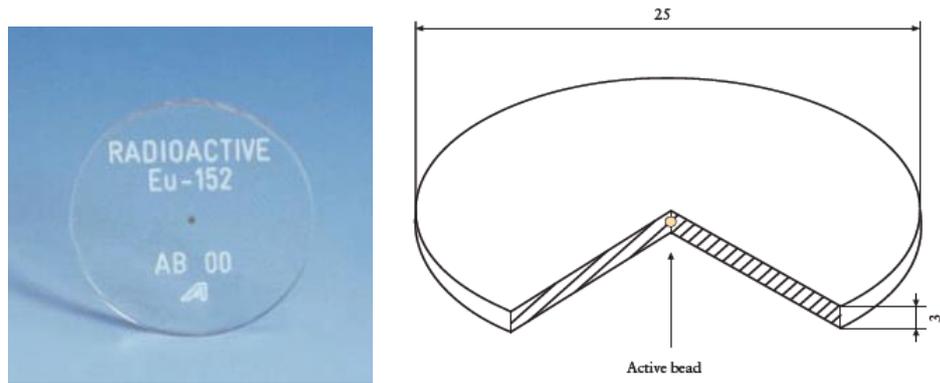


Рисунок 4 – Внешний вид радионуклидного источника

В таблице 6 приведён коэффициент пропускания основных испускаемых гамма-квантов. Коэффициенты пропускания при других энергиях могут быть рассчитаны методом интерполяции. Коэффициент пропускания – это доля фотонов, образующихся в источнике, которая будет исходить от его поверхности, рассчитанная для излучения узкого пучка, перпендикулярного плоскости источника.

Таблица 6 – Коэффициенты пропускания гамма-квантов

Энергия, кэВ	Радионуклид	Коэффициент пропускания
47	Pb-210	0,964
60	Am-241	0,958
88	Cd-109	0,970
122	Co-57	0,973
279	Hg-203	0,979
344	Eu-152	0,979
356	Ba-133	0,984
662	Cs-137	0,985
834	Mn-54	0,987
1173	Co-60	0,988
1274	Na-22	0,991

В таблице 7 приведены метрологические характеристики радионуклидных источников [27].

Таблица 7 – Метрологические характеристики радионуклидных источников производства Eckert & Ziegler Nuclitec GmbH

Радионуклид	Номинальная активность радионуклида, кБк	Расширенная неопределённость ($k=2$)
Am-241	37	3
	370	3
Ba-133	37	3
	370	3
	3700	3
Cd-109	370	4
Cs-137	37	3
	370	3
	3700	3
Co-57	37	3
	370	3
	3700	3
Co-60	37	3
	370	3
	3700	3
Eu-152	37	3
	370	3
Hg-203	74	4
	740	4
Mn-54	37	3
	370	3
Na-22	37	3
	370	3
Pb-210	200	4
Ra-226	100	3
Y-88	37	3
	370	3

Радионуклидные источники производства LEA

Радионуклиды размещены между двумя термосвариваемыми полиэстерными плёнками толщиной приблизительно 125 мкм каждая и смонтированными в кольцо из оргстекла. Метрологические характеристики источников определены с помощью калиброванных сцинтилляционных или полупроводниковых гамма-спектрометров. На рисунке 5 показан внешний вид радионуклидных источников.

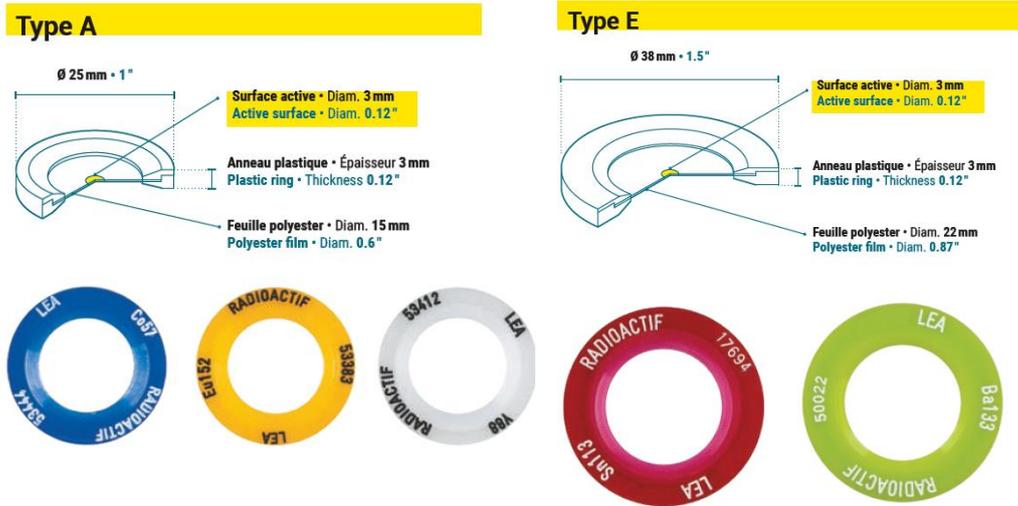


Рисунок 5 – Внешний вид радионуклидных источников

В таблице 8 приведены метрологические характеристики радионуклидных источников [28].

Таблица 8 – Метрологические характеристики радионуклидных источников производства LEA.

Радионуклид	Номинальная активность радионуклида, кБк	Расширенная неопределённость ($k=2$)
Am-241	4	3,5
	40	3,5
	400	3,5
Ba-133	4	2
	40	2
	400	2
	700	2
Co-57	4	2
	40	1,7
	400	1,7
	700	2,5
Co-60	4	2
	40	1,5
	400	1,5
	700	1,5
Cs-137	4	2,5
	40	2
	400	2
	700	2
Eu-152	4	3
	40	3
	400	3
Na-22	4	2
	40	2
	400	2
	700	2
Y-88	4	2
	40	2
	400	2
	700	2

Могут быть изготовлены радионуклидные источники с ^{110m}Ag , ^{139}Ce , ^{51}Cr , ^{134}Cs , ^{59}Fe , ^{131}I , ^{54}Mn , ^{113}Sn . Метрологические характеристики этих радионуклидных источников на сайте производителя не указаны.

Радионуклидные источники производства Eurostandard CZ s.r.o.

Радионуклид находится между двумя сваренными полиэтиленовыми плёнками толщиной менее 0,2 мм. Плёнки закреплены на металлическом кольце с наружным диаметром 35 мм. Радионуклид расположен в центре плёнки.

Радионуклидные источники предназначены для калибровки по эффективности гамма-спектрометров с Ge(Li) и HPGe детекторами. Используемые радионуклиды охватывают диапазон энергий от 100 кэВ до 2 МэВ.

Активность радионуклида в источнике определяется исходя из массы и удельной активности эталонного раствора. Удельная активность определяется методами абсолютных измерений. На рисунке 6 показан внешний вид радионуклидных источников.

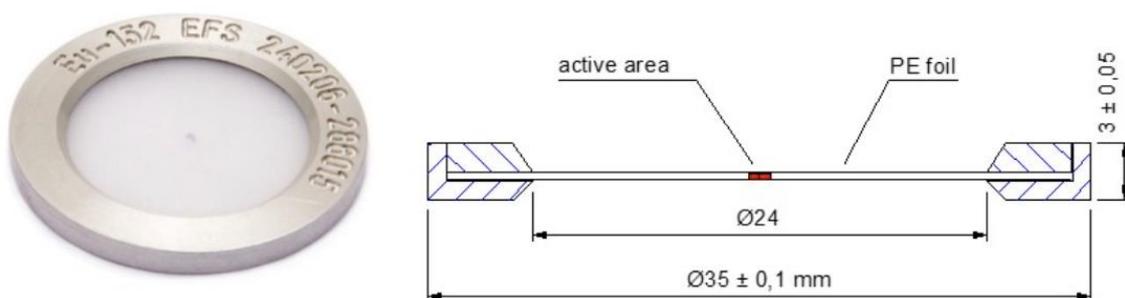


Рисунок 6 – Внешний вид радионуклидных источников

В таблице 9 приведены основные метрологические характеристики радионуклидных источников [29].

Таблица 9 – Метрологические характеристики радионуклидных источников производства Eurostandard CZ s.r.o.

Радионуклид	Номинальная активность радионуклида, кБк	Расширенная неопределённость ($k=2$)
^{57}Co	50	1,2
^{139}Ce	80	1,2
^{85}Sr	250	1,2
^{137}Cs	400	1,2
^{54}Mn	450	1,0
^{60}Co	700	0,8
^{88}Y	700	1,5
^{133}Ba	250	1,0
^{152}Eu	600	1,0

В Российской Федерации точечные радионуклидные источники фотонного излучения выпускаются четырьмя производителями: АО «РИТВЕРЦ» [9], АО «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина» [10], ООО «НТЦ Амплитуда» [11] и ФГУП «ВНИИФТРИ» [12]. Ниже представлено их описание.

Радионуклидные источники производства АО «РИТВЕРЦ»

АО «РИТВЕРЦ» выпускает точечные радионуклидные источники фотонного излучения двух типов: ОСГИ-Р, и ОСГИ-П.

Источники радионуклидные типа ОСГИ-Р, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 40714-09 [30], состоят из:

- двух полиимидных плёнок толщиной 50 мкм (одно или двухслойных) с односторонним фторопластовым покрытием, между которыми на одну из плёнок в центре нанесён радиоактивный материал диаметром не более 3 мм и герметизирован методом термосварки плёнок;

- двух колец из алюминиевого сплава для закрепления плёнок с активной частью в корпусе.

На рисунке 7 показан внешний вид радионуклидных источников ОСГИ-Р. В таблице 10 представлены метрологические и технические характеристики [30].



Рисунок 7 – Общий вид ОСГИ-Р

Таблица 10 – Метрологические и технические характеристики ОСГИ-Р

Наименование характеристики	Значение
Диапазон энергий рентгеновского и гамма-излучений, кэВ	от 5,9 до 2 615
Диапазон номинальной активности радионуклида в источнике, кБк: - для источников из радионуклидов ^{207}Bi , ^{228}Th , ^{243}Am ; - для источников из радионуклидов ^{44}Ti , ^{54}Mn , ^{55}Fe , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{65}Zn , ^{113}Sn , ^{134}Cs , ^{152}Eu , ^{153}Gd , ^{241}Am ; - для источников из радионуклидов ^{22}Na , ^{88}Y , ^{109}Cd , ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{139}Ce	от 1 до 50 от 1 до 100 от 1 до 1 000
Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения активности, %: - рабочих эталонов 1 разряда - рабочих эталонов 2 разряда	± 4 ± 6

Продолжение таблицы 10

Наименование характеристики	Значение
Назначенный срок службы: - на основе радионуклидов ^{228}Th , ^{241}Am , ^{243}Am с активностью менее 10 кБк, с активностью более 10 кБк;	5 лет 3 года
- на основе радионуклидов ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{65}Zn , ^{88}Y , ^{109}Cd , ^{113}Sn , ^{139}Ce , ^{153}Gd ;	4 года
- на основе радионуклидов ^{22}Na , ^{55}Fe , ^{134}Cs ;	10 лет
- на основе радионуклидов ^{44}Ti , ^{60}Co , ^{137}Cs , ^{133}Ba , ^{152}Eu , ^{207}Bi	12 лет
Габаритные размеры:	
- внешний диаметр наружного кольца, мм	25,0 _{-0,2}
- толщина, мм	3,0 \pm 0,1
- толщина одного слоя герметизирующей полиимидной плёнки, мкм	50

Поверка осуществляется согласно [31], согласно которому при поверке используются:

- вторичный эталон – комплект радионуклидных источников фотонного излучения с активностью радионуклидов от $1 \cdot 10^3$ до $1 \cdot 10^6$ Бк,;
- компаратор на основе полупроводникового или сцинтилляционного гамма-спектрометра.

Дисковые источники типа ОСГИ-П [9].

Источники ОСГИ-П применяются для калибровки по активности, потоку фотонов и энергии гамма-спектрометрического оборудования, тестирования ионизационных камер и сцинтилляционных счётчиков. Прочная конструкция подходит для калибровки и испытаний в полевых условиях.

Источник представляет собой диск из оргстекла диаметром 25 мм и толщиной 3 мм. Керамическая активная часть с внедрённым радионуклидным препаратом помещена в центр корпуса, герметизация выполнена эпоксидной смолой. Диаметр активной части составляет 2 мм, высота — 1 мм.

На рисунке 8 показан внешний вид радионуклидных источников ОСГИ-П. В таблице 11 представлены метрологические и технические характеристики. В таблице 12 приведены коэффициенты пропускания основных испускаемых фотонов и доля радионуклидных примесей [9].



Рисунок 8 – Общий вид радионуклидных источников ОСГИ-II

Таблица 11 – Метрологические и технические характеристики ОСГИ-II

Наименование характеристики	Значение
Доверительные границы погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$	7 или 3 %
Назначенный срок службы источников с даты изготовления, лет:	
- на основе радионуклидов ^{228}Th , ^{241}Am , ^{243}Am	6
- на основе радионуклидов ^{88}Y , ^{113}Sn , ^{139}Ce	4
- на основе радионуклидов ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{65}Zn , ^{109}Cd , ^{153}Gd	5
- на основе радионуклидов ^{22}Na , ^{44}Ti , ^{60}Co , ^{133}Ba , ^{134}Cs , ^{137}Cs , ^{152}Eu , ^{207}Bi , ^{210}Pb	10

Таблица 12 – Коэффициенты пропускания фотонного излучения и доля радионуклидных примесей.

Радионуклид	Активность радионуклида в источнике, кБк	Радионуклидные примеси, %	Коэффициенты пропускания фотонного излучения
^{22}Na	5 – 1000	$\leq 0,01$	0,988
^{44}Ti	5 – 100	$\leq 0,001$	0,963
^{54}Mn	5 – 1000	$\leq 0,15$	0,985
^{57}Co	5 – 3700	$\leq 0,15$	0,967
^{60}Co	5 – 3700	$\leq 0,1$	0,988
^{65}Zn	5 – 1000	$\leq 0,2$	0,987
^{88}Y	5 – 1000	$\leq 0,1$	0,991
^{109}Cd	5 – 1000	$\leq 0,001$	0,965
^{113}Sn	5 – 100	$\leq 0,01$	0,978
^{133}Ba	5 – 3700	$\leq 0,001$	0,977
^{134}Cs	5 – 300	$\leq 0,01$	0,982
^{137}Cs	5 – 1000	$\leq 0,05$	0,983
^{139}Ce	5 – 1000	$\leq 0,1$	0,969
^{152}Eu	5 – 1000	$\leq 0,15$	0,988
^{153}Gd	5 – 500	$\leq 0,2$	0,965
^{207}Bi	5 – 100	$\leq 0,2$	0,982
^{210}Pb	5 – 200	—	0,960
^{228}Th	5 – 50	$\leq 0,2$	0,998
^{241}Am	5 – 370	$\leq 0,05$	0,962
^{243}Am	5 – 50	< 5	0,964

Радионуклидные источники производства АО «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина»

Точечные источники фотонного излучения радионуклидные закрытые спектрометрические эталонные ОСГИ-3, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46383-11 [32], выпускаются в виде модификаций ОСГИ-3-1 и ОСГИ-3-2, отличающихся номинальными значениями активности радионуклидов.

Радионуклидный источник ОСГИ-3 представляет собой подложку в виде диска из двух слоёв полиамидной плёнки, между которыми в центре нанесено и загерметизировано радиоактивное вещество диаметром не более 3 мм. Подложка зажата в алюминиевом кольце.

На рисунке 9 показан внешний вид радионуклидных источников ОСГИ-3. В таблице 13 представлены метрологические и технические характеристики [32].



Рисунок 9 – Общий вид ОСГИ-3

Таблица 13 – Метрологические и технические характеристики ОСГИ-3

Наименование характеристики	Значение
Диапазон энергий рентгеновского и гамма-излучений, кэВ	от 5,9 до 2 615
Диапазон номинальной активности радионуклида в источнике, кБк: - для источников ОСГИ-3-1 - для источников ОСГИ-3-2	от 5 до 100 от 50 до 1000
Доверительная относительная погрешность измерения активности радионуклида в источнике (при вероятности 0,95), % - для рабочих эталонов 1-го разряда - для рабочих эталонов 2-го разряда	± 3 ± 4

Продолжение таблицы 13

Наименование характеристики	Значение
Назначенный срок службы источников с даты изготовления:	
- на основе радионуклидов ^{88}Y , ^{113}Sn , ^{139}Ce для источников ОСГИ-3-1	1,5 года
для источников ОСГИ-3-2	3 года
- на основе радионуклидов ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{65}Zn , ^{153}Gd для источников ОСГИ-3-1	3 года
для источников ОСГИ-3-2	5 лет
- на основе радионуклидов ^{109}Cd , ^{134}Cs для источников ОСГИ-3-1	5 лет
для источников ОСГИ-3-2	12 лет
- на основе радионуклидов ^{22}Na , ^{44}Ti , ^{55}Fe , ^{60}Co , ^{137}Cs , ^{133}Ba , ^{152}Eu , ^{207}Bi - на основе радионуклидов ^{228}Th , ^{241}Am , ^{243}Am для источников ОСГИ-3-1	12 лет
для источников ОСГИ-3-2	5 лет
	3 года
Габаритные размеры радионуклидных источников:	
- внешний диаметр наружного кольца, мм	25,0 _{-0,2}
- толщина (высота), мм	3,0 \pm 0,1
- толщина одного слоя герметизирующей полиимидной плёнки, мкм	50

Проверка осуществляется согласно [33], согласно которому при проверке используются:

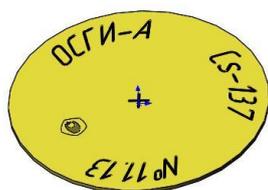
- вторичный эталон – комплект радионуклидных источников фотонного излучения и (или) рабочий эталон единицы активности радионуклидов первого разряда;
- компаратор на основе полупроводникового или сцинтилляционного гамма-спектрометра.

Радионуклидные источники производства ООО «НТЦ Амплитуда»

Радионуклидный источник ОСГИ-А, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 58304-14 [34], представляет собой плоский диск, состоящий из двух герметично соединённых между собой полиэфирных плёнок, между которыми в центральной части располагается радиоактивное вещество. Источники выпускаются в алюминиевом корпусе и без корпуса.

Активная часть источника ОСГИ-А имеет диаметр не более 5 мм.

На рисунке 10 показан внешний вид радионуклидных источников ОСГИ-А. В таблице 14 представлены метрологические и технические характеристики [34].



а – исполнение 01, 02



б – исполнение 01-К, 02-К

Рисунок 10 – Общий вид радионуклидных источников ОСГИ-А

Таблица 14 – Метрологические и технические характеристики ОСГИ-А

Наименование характеристики	Значение
Диапазон энергий рентгеновского и гамма-излучений, кэВ	от 14 до 2 615
Диапазон номинальной активности радионуклида в источнике, кБк: ²⁴¹ Am, ²²⁸ Th ¹³³ Ba, ²⁰⁷ Pb, ¹⁰⁹ Cd, ⁵⁷ Co, ⁶⁰ Co, ¹³⁴ Cs, ¹³⁷ Cs, ¹⁵² Eu, ⁵⁴ Mn, ²² Na, ⁴⁴ Ti, ⁸⁸ Y, ⁶⁵ Zn	от 2 до 100 от 2 до 1000
Пределы допускаемой относительной погрешности, %: при выпуске источников для применения в качестве – рабочих эталонов 1-го разряда – рабочих эталонов 2-го разряда – рабочего средства измерения	 ± 4 ± 6 ± 10
Назначенный срок службы источников с даты изготовления, лет: - ²⁴¹ Am, ²²⁸ Th - ⁵⁴ Mn, ⁸⁸ Y - ⁵⁷ Co, ⁶⁵ Zn - ¹³³ Ba, ²⁰⁷ Pb, ¹⁰⁹ Cd, ⁶⁰ Co, ¹³⁴ Cs, ¹³⁷ Cs, ¹⁵² Eu, ²² Na, ⁴⁴ Ti	 3 4 5 12
Габаритные размеры источников (диаметр×толщина), мм, не более - исполнение 01 - исполнение 02 - исполнение 01-К - исполнение 02-К	 25×0,4 29×0,4 25×2,1 29×2,1

Поверка осуществляется согласно [35], согласно которому при поверке используются:

- вторичный эталон – источники фотонного излучения радионуклидные закрытые с активностью радионуклидов от 1 до 1000 кБк и (или) рабочего эталона единицы активности радионуклидов первого (второго) разряда;

- компаратор на основе полупроводникового или сцинтилляционного гамма-спектрометра.

Радионуклидные источники производства ФГУП «ВНИИФТРИ»

Источник радионуклидный фотонного излучения метрологического назначения закрытый ИМН-Г-1, регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 44591-10 [36]. Активная часть источника выполнена нанесением раствора радионуклида известной удельной активности на подложку с последующей герметизацией.

На рисунке 11 показан внешний вид радионуклидных источников ИМН-Г-1. В таблице 15 представлены метрологические и технические характеристики.



Рисунок 11 – Общий вид радионуклидных источников ИМН-Г-1

Таблица 15 – Метрологические и технические характеристики ИМН-Г-1

Наименование характеристики	Значение
Диапазон энергий фотонного излучения, кэВ	от 4 до 6 130
Диапазон воспроизведения активности, Бк	от 10 до $1 \cdot 10^6$
Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения активности, %	± 5
Радионуклиды, на основе которых изготавливаются ИМН-Г-1: ^{241}Am , ^{243}Am , ^{228}Th , ^{133}Ba , ^{207}Bi , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{134}Cs , ^{137}Cs , ^{152}Eu , ^{54}Mn , ^{22}Na , ^{44}Ti , ^{88}Y , ^{65}Zn , ^{144}Ce , ^{153}Gd , ^{55}F и др.	
Габаритные размеры источников (диаметр \times высота), мм, не более	50×3
Средний срок службы после ввода в эксплуатацию, лет, не более	20

Проверка осуществляется согласно [37] согласно которому при проверке используются:

- источники фотонного излучения радионуклидные закрытые спектрометрические эталонные ОСГИ-3;

- установки спектрометрические и радиометрические.

В таблице 16 представлена сводная информация по рассмотренным выше точечным радионуклидным источникам фотонного излучения производства РФ и внесённым в ФИФ ОЕИ.

Таблица 16 – Метрологические и технические характеристики точечных радионуклидных источников фотонного излучения производства РФ.

Тип, номер в ФИФ ОЕИ, (количество радионуклидов)	Радионуклиды	Диапазон активности радионуклидов, кБк	Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения активности
ОСГИ-Р 40714-09 (20)	^{207}Bi , ^{228}Th , ^{243}Am	от 1 до 50	$\pm 4\%$ для рабочих эталонов 1 разряда
	^{44}Ti , ^{54}Mn , ^{55}Fe , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{65}Zn , ^{113}Sn , ^{134}Cs , ^{152}Eu , ^{153}Gd , ^{241}Am	от 1 до 100	
	^{22}Na , ^{88}Y , ^{109}Cd , ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{139}Ce	от 1 до 1 000	$\pm 6\%$ для рабочих эталонов 2 разряда

Продолжение таблицы 16

Тип, номер в ФИФ ОЕИ, (количество радионуклидов)	Радионуклиды	Диапазон активности радионуклидов, кБк	Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения активности
ОСГИ-3 46383-11 (20)	^{88}Y , ^{113}Sn , ^{139}Ce , ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{65}Zn , ^{153}Gd , ^{109}Cd , ^{134}Cs , ^{22}Na , ^{44}Ti , ^{55}Fe , ^{60}Co , ^{137}Cs , ^{133}Ba , ^{152}Eu , ^{207}Bi , ^{228}Th , ^{241}Am , ^{243}Am	от 5 до 1 000	± 3 % для рабочих эталонов 1 разряда ± 4 % для рабочих эталонов 2 разряда
ОСГИ-А 58304-14 (15)	^{241}Am , ^{228}Th ^{133}Ba , ^{207}Bi , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{134}Cs , ^{137}Cs , ^{152}Eu , ^{54}Mn , ^{22}Na , ^{44}Ti , ^{88}Y , ^{65}Zn	от 2 до 100 от 2 до 1000	± 4 % для рабочих эталонов 1 разряда ± 6 % для рабочих эталонов 2 разряда ± 6 % для рабочего средства измерений
ИМН-Г-1 44591-10	^{241}Am , ^{243}Am , ^{228}Th , ^{133}Ba , ^{207}Bi , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{60}Co , ^{134}Cs , ^{137}Cs , ^{152}Eu , ^{54}Mn , ^{22}Na , ^{44}Ti , ^{88}Y , ^{65}Zn , ^{144}Ce , ^{153}Gd , ^{55}F и др.	от 0,01 до 1 000	± 5 %

На рисунке 12 представлена схема передачи единицы активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения от ГЭТ 6-2016 средствам измерений – гамма-спектрометрам и радиометрам [22].

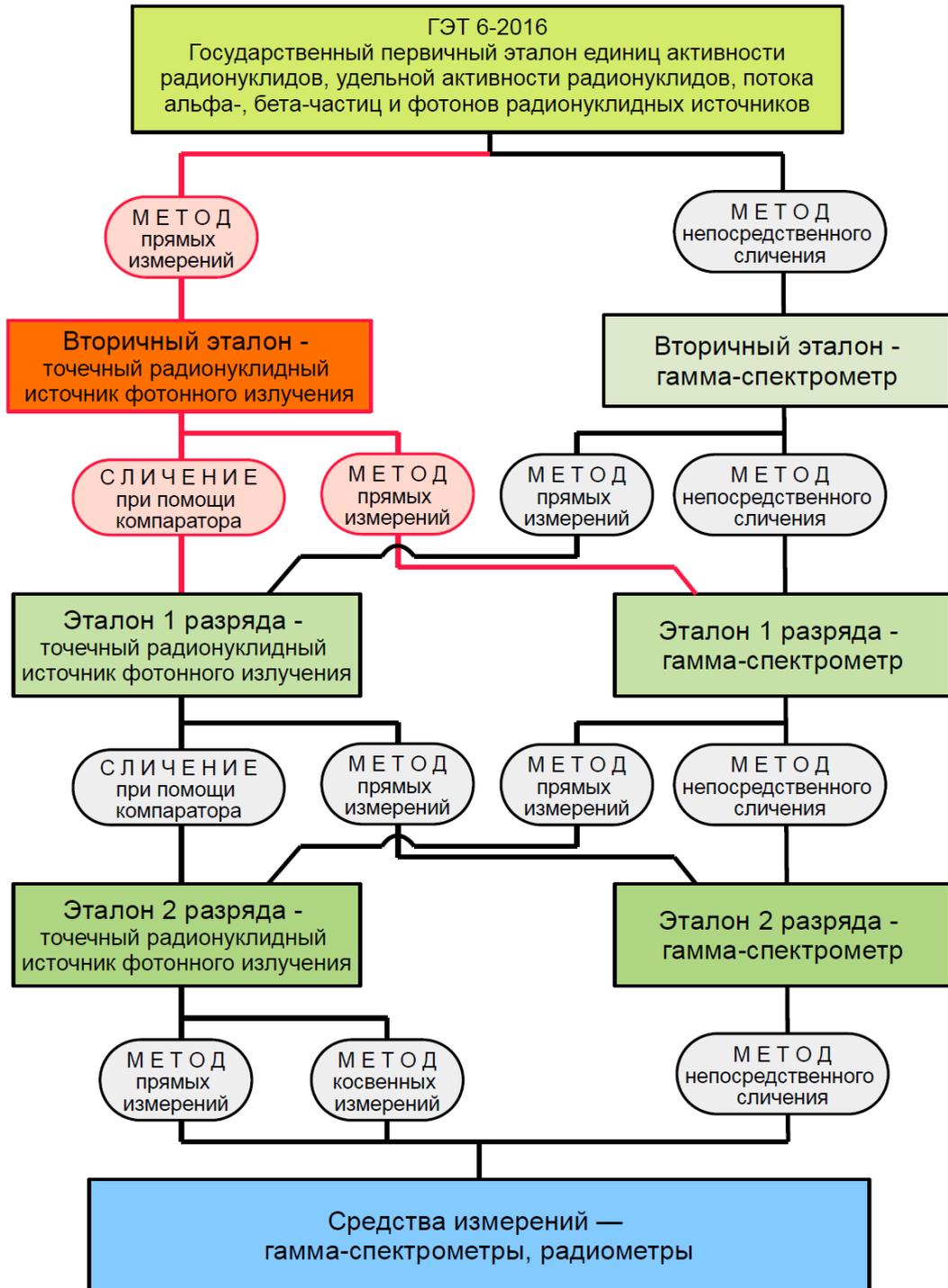


Рисунок 12 – Схема передачи единицы активности радионуклидов

Обзор состояния эталонной базы единицы активности гамма-излучающих радионуклидов показывает, что ветвь передачи единицы величины, отмеченная на рисунке 12 красным цветом, на момент начала диссертационного исследования не использовалась по причине отсутствия соответствующих вторичных эталонов.

1.4 Анализ калибровочных и измерительных возможностей ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и зарубежных национальных метрологических институтов в области измерений активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения.

База данных калибровочных и измерительных возможностей (Calibration and Measurement Capabilities – CMC) Международного бюро мер и весов (Bureau International des Poids et Mesures – BIPM) представляет собой глобальную информационную систему, предназначенную для потребителей метрологических услуг [38]. Эта база содержит информацию о калибровочных и измерительных возможностях национальных метрологических институтов и признаётся странами, подписавшими Соглашение о взаимном признании национальных эталонов и сертификатов калибровки и измерений (International Committee for Weights and Measures Mutual Recognition Arrangement – CIPM MRA), выдаваемых национальными метрологическим институтами [39]. База данных CMC является важным и полезным инструментом для потребителей метрологических услуг, помогая выбрать подходящую региональную метрологическую организацию для проведения калибровок и измерений.

Строки CMC ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» для точечных радионуклидных источников, представляющих из себя полиимидную плёнку, заключённую в алюминиевое кольцо представлены в таблице 17. Метод измерений – калиброванный полупроводниковый гамма-спектрометр. Диапазон измерений активности радионуклидов от 5 кБк до 5 МБк.

Таблица 17 – Строки CMC ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Номер	Радионуклид	Относительная расширенная неопределённость ($k=2$)	Номер	Радионуклид	Относительная расширенная неопределённость ($k=2$)
1.	Bi-207	1,5	18.	Sn-113	2,0
2.	Na-22	1,0	19.	Sb-124	2,5
3.	Na-24	1,0	20.	Sb-125	1,5
4.	Cr-51	1,5	21.	I-131	1,5
5.	Mn-54	1,5	22.	Ba-133	1,5
6.	Co-56	1,5	23.	Cs-134	1,5
7.	Co-57	1,5	24.	Cs-137	1,5
8.	Co-58	1,5	25.	Ce-139	1,5
9.	Fe-59	2,0	26.	Ce-144	2,0
10.	Co-60	1,0	27.	Eu-152	1,5
11.	Zn-65	1,5	28.	Gd-153	2,5
12.	Se-75	2,5	29.	Eu-154	1,5
13.	Sr-85	1,5	30.	Yb-169	2,0
14.	Y-88	1,5	31.	Ta-182	2,0
15.	Ru-106/Rh-106	2,0	32.	Ir-192	1,5
16.	Cd-109	1,5	33.	Hg-203	1,5
17.	Ag-110m	2,0	-	-	-

Строки СМС иностранных метрологических институтов для точечных радионуклидных источников представлены в таблице 18. Данные представлены по состоянию на 28.06.2024. Метод измерений – калиброванный гамма-спектрометр.

Таблица 18 – Строки СМС иностранных метрологических институтов

Номер	Институт (страна)	Количество строк СМС/метод измерений	Радионуклиды	Диапазон активности радионуклидов, кБк	Относительная расширенная неопределённость ($k=2$) в зависимости от радионуклида
1.	СМІ (Чехия)	9 калиброванный гамма-спектрометр	Hg-203, Co-57, Mn-54, Co-60, Sr-85, Y-88, Ce-139, Ba-133, Eu-152	от 50 до 700	от 1,6 до 3,0
2.	БелГИМ (Беларусь)	14 калиброванный гамма-спектрометр	Na-22, Mn-54, Co-57, Co-60, Zn-65, Y-88, Cd-109, Sn-113, Ba-133, Cs-137, Ce-139, Eu-152, Th-228, Am-241	от 1 до 1 000	3,0
3.	CNEA (Аргентина)	16 калиброванный гамма-спектрометр	Eu-152, Eu-154, Am-241, Na-22, Cr-51, Mn-54, Co-57, Co-60, Se-75, Sr-85, Y-88, Cd-109, Sn-113, Ba-133, Cs-134, Cs-137	от 0,1 до 200	от 1,6 до 4,2
4.	ВФКН (Венгрия)	20 ионизационная камера	Zn-65, Se-75, Sr-85, Ru-103/Rh-103m, Cd-109, Ag-110m/Ag-110, Sb-124, Ba-133, Cs-134, Cs-137, Ce-139, Ce-141, Ce-144/Pr-144, Eu-152, Yb-169, Ir-192, Am-241, Co-58, Fe-59, Co-60	от 1 до 1 000	от 0,7 до 1,3
5.	NIM (Китай)	22 калиброванный гамма-спектрометр	Na-22, Mn-54, Co-58, Y-88, Cd-109, Cs-134, Cs-137, Ba-133, Ce-139, Ho-166m, Am-241, Cr-51, Co-56, Co-57, Fe-59, Co-60, Zn-65, Se-75, Tc-99m, Ce-141, Eu-152, Hg-203	от 40 до 4 000	от 0,8 до 3,0
6.	POLATOM (Польша)	15 калиброванный гамма-спектрометр	Na-22, Sc-46, Cr-51, Mn-54, Co-57, Co-60, Zn-65, Se-75, Sb-124, Ba-133, Cs-137, Ce-144/Pr-144, Eu-152, Tm-170, Hg-203	от 40 до 160	от 0,8 до 2,0
7.	KRISS (Южная Корея)	18 калиброванный гамма-спектрометр	Na-22, Mn-54, Co-57, Co-60, Zn-65, Se-75, Y-88, Cd-109, Ag-110m, Sn-113, Ba-133, Cs-134, Cs-137, Ce-139, Eu-152, Ho-166m, Bi-207, Am-241	от 40 до 10 000	от 1,2 до 2,8
8.	NMIJ AIST (Япония)	21 калиброванный гамма-спектрометр	Ce-141, Eu-152, Ho-166m, Hg-203, Am-241, Na-22, Cr-51, Mn-54, Fe-59, Co-56, Co-57, Co-60, Zn-65, Se-75, Sr-85, Y-88, Cd-109, Cs-134, Cs-137, Ba-133, Ce-139	от 40 до 4 000	от 0,8 до 2,6

Продолжение таблицы 18

Номер	Институт (страна)	Количество строк СМС/метод измерений	Радионуклиды	Диапазон активности радионуклидов, кБк	Относительная расширенная неопределённость ($k=2$) в зависимости от радионуклида
9.	СИМАТ (Испания)	14 калиброванный гамма-спектрометр	Na-22, Mn-54, Co-57, Co-60, Ga-67, Sr-85, Nb-95, Ag-110m, I-125, I-131, Cs-134, Eu-152, Eu-154, Ir-192	от 0,1 до 1 000	от 1,6 до 4,2
10.	СИМАТ (Испания)	1 NaI спектрометр колодезного типа	I-125	от 0,01 до 2	3,0
11.	РТВ (Германия)	38 ионизационная камера	Co-56, Co-57, Co-58, Fe-59, Co-60, Zn-65, Ga-67, Ge-68/Ga-68, Se-75, Sr-85, Y-88, Ru-103, Ru-106, Cd-109, Ag-110m, Sn-113, Sb-124, Sb-125, Ba-133, Cs-134, Cs-137, Ce-139, Ce-141, Ce-144/Pr-144, Eu-152, Au-198, Hg-203, Tl-204, Bi-207, Pb-210, Ra-226, Am-241, Am-241, Be-7, Na-22, Na-24, Cr-51, Mn-54	от 0,1 до 400	от 0,5 до 2,0
	РТВ (Германия)	1 калиброванный гамма-спектрометр	Nb-93m	от 2 до 20	1,2
12.	NIST (США)	3 калиброванный гамма-спектрометр	Ba-133, Co-60, Cs-137	от 0,1 до 1 000	от 4 до 5
13.	LNMRI/IRD (Бразилия)	10 калиброванный гамма-спектрометр	Am-241, Ba-133, Cd-109, Co-60, Cs-134, Cs-137, Eu-152, Mn-54, Na-22, Zn-65	от 0,1 до 2 000	от 3,0 до 5
14.	LNE-LNHB (Франция)	27 калиброванный гамма-спектрометр	Am-241, Co-57, Co-58, Fe-59, Nb-95, Co-60, Cr-51, Ho-166m, I-131, Ir-192, Ru-103/Rh-103m, Y-88, Cs-134, Cs-137/Ba-137m, Yb-169, Zn-65, Ba-133, Cd-109/Ag-109m, Ce-139, Ce-141, Eu-152, Mn-54, Na-22, Sb-124, Se-75, Sr-85, Ce-144	от 0,0005 до 10 000	от 0,4 до 2,8
	LNE-LNHB (Франция)	2 метод $4\pi\beta$ - γ -совпадений	Nb-95, Ru-106	от 0,004 до 10 000	от 0,8 до 2,2

Приведённые выше измерительные возможности национальных метрологических институтов позволяют сделать вывод о том, что возможности ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева» по измерению активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения находятся на международном уровне. При этом абсолютный метод измерения активности радионуклидов (метод $4\pi\beta\text{-}\gamma$ -совпадений) применяет только LNE-LNHB (Франция) и только для двух радионуклидов (^{95}Nb , ^{106}Ru). Все остальные метрологические институты, включая ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», применяют калиброванные приборы, которые по своему уровню являются вторичными эталонами и, вследствие использования относительного метода измерений, не могут обеспечить точность абсолютных методов.

1.5 Выводы к главе 1. Постановка цели и задач исследования

Выполненный в ходе диссертационного исследования анализ состояния метрологического обеспечения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов, в том числе способов передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов от ГЭТ 6-2016 рабочим эталонам и средствам измерений, а также обеспеченности эталонной базы, демонстрирует необходимость обоснования применимости абсолютных методов воспроизведения единицы активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения, разработки методики воспроизведения активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения на государственном первичном эталоне ГЭТ 6-2016 для обеспечения единства измерений и повышения точности гамма-спектрометрических измерений, а так же обеспеченности поля вторичных эталонов – радионуклидных источников фотонного излучения поверочной схемы. Проведённый анализ позволяет сформулировать цель и задачи диссертационного исследования.

Цель диссертационного исследования: Уменьшение относительной расширенной неопределённости воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов.

Задачи диссертационного исследования:

1. Анализ состояния метрологического обеспечения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов в точечной геометрии на гамма-спектрометрах.

2. Совершенствование воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов для снижения относительной неопределённости измерений активности гамма-излучающих радионуклидов и увеличения верхнего диапазона измерений.

3. Разработка принципов доказательства эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов различными методами, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, посредством сличения установок с подтверждёнными в международных ключевых сличениях измерительными возможностями.

4. Разработка, испытания и внедрение новых типов эталонов - точечных радионуклидных источников фотонного излучения, обеспечивающих поле вторичных эталонов для источников фотонного излучения государственной поверочной схемы с прослеживаемостью к ГЭТ 6-2016.

ГЛАВА 2. Научное обоснование применимости метода $4\pi\gamma$ -счёта для определения активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения и совершенствование метода воспроизведения единицы активности радионуклидов с его использованием

2.1 Теоретические основы метода $4\pi\gamma$ -счёта применительно к задаче определения активности радионуклидов в ГЭТ 6-2016

Абсолютное измерение активности радионуклидов [40] относится к прямому измерению количества ядерных переходов, происходящих в единицу времени. В то время как все спонтанные радиоактивные превращения включают экзоэнергетические перестройки атома и его ядра, они отличаются тем, как избыточная энергия испускается в виде излучения. Поскольку абсолютное измерение активности радионуклидов основано на обнаружении испускаемого излучения, реализация единицы СИ Беккерель (с^{-1}) включает в себя различные методы и подходы в зависимости от радионуклида. Соответствующий выбор метода производится на основе анализа схемы распада радионуклида, показывающей различные пути перехода и связанные с ними вероятности. Существующие в настоящее время схемы распада [41] с различными уровнями достоверности и точности являются результатом многолетней работы в области радионуклидной метрологии, которая включает в себя все аспекты измерений радиоактивности, такие как определение активности радионуклидов, периода полураспада, энергетических уровней.

Метод $4\pi\gamma$ -счёта применяется в качестве абсолютного метода измерений активности радионуклидов и обеспечивает высокую точность измерений, особенно для радионуклидов со сложными схемами распада с большим количеством энергетических переходов и высокой интенсивностью испускаемых гамма-квантов. Эталонные установки, в которых реализован метод $4\pi\gamma$ -счёта, создаются на основе сцинтилляционных детекторов: детекторов типа «кристалл с колодцем» или двух, соединённых между собой, детекторов без колодца. Особенностью установки ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», реализующей метод $4\pi\gamma$ -счёта, является сочетание этих разновидностей: два соединяемых детектора с колодцем в нижнем детекторе, в который помещается измеряемый образец, что позволяет реализовать геометрию 4π .

Для абсолютных измерений с применением таких детекторов необходимо определить их эффективность к фотонам определённой энергии. Эффективность может быть рассчитана, если точно известны размеры кристалла и коэффициенты ослабления излучения. Кроме того, необходимо учитывать рассеяние фотонов от окружающих детектор материалов, оценить поправку на тормозное излучение и положение источника в детекторе.

Применение современных методов численного моделирования позволяют выполнить необходимые расчёты для эталонной установки $4\pi\gamma$ -счёта с высокой степенью детализации и обеспечить расширенную неопределённость измерений активности радионуклидов менее 1 % ($k=2$) для некоторых радионуклидов.

Для радионуклидов, распадающихся с большим количеством γ -переходов, метод $4\pi\gamma$ -счёта для большого детектора NaI (Tl) может обеспечить общую эффективность регистрации, близкую к 100%. В таких случаях метод $4\pi\gamma$ -счёта представляет собой менее сложную альтернативу методам $4\pi\beta$ - γ -совпадений и $4\pi\alpha$ - γ -совпадений с аналогичными или даже лучшими неопределённостями измерений. Следует учитывать возможный вклад задержанных состояний и примесей радионуклидов в источнике. Метод $4\pi\gamma$ -счёта является точным методом с низкими трудозатратами на подготовку измеряемых радионуклидных источников и проведение измерений, который применим не только к ультратонким источникам, но и к объёмным источникам. Однако, для этого требуется подробный расчёт эффективности регистрации для каждой соответствующей ветви распада. [16].

Наиболее часто используемым детектором для метода $4\pi\gamma$ -счёта является большой детектор NaI (Tl) колодезного типа; в литературе приведены различные размеры (152,4 мм \times 152,4 мм [17], 75 мм \times 75 мм [18], 127 мм \times 127 мм [19], 152 мм \times 127 мм [42]), а также были использованы кристаллы большего размера (например, 203 \times 203 мм в JRC-IRMM). На рисунке 13 представлен детектор колодезного типа (well type detector), используемый в LNHB (Франция) [43]. Возможны альтернативные конфигурации, такие как детектор колодезного типа в сочетании с кристаллом меньшего размера в верхней части углубления или два цилиндрических детектора, между которыми расположен радионуклидный источник. В этих случаях импульсы, подаваемые обоими детекторами, сначала логически суммируются в соответствии с совпадением [16].



Рисунок 13 – Колодезный детектор LNHB

Схему распада можно разделить на n независимых ветвей (путей распада), каждая из которых имеет ветвление h и k переходов внутри ветви (см. рисунок 14). Общая эффективность может быть получена путём суммирования [20]

$$\varepsilon = \sum_{i=1}^n h_i \left[1 - \prod_{j=1}^k (1 - \varepsilon_i^j) \right] \quad (9)$$

где ε_i^j – эффективность регистрации j -го фотона, испускаемого в ветви i .

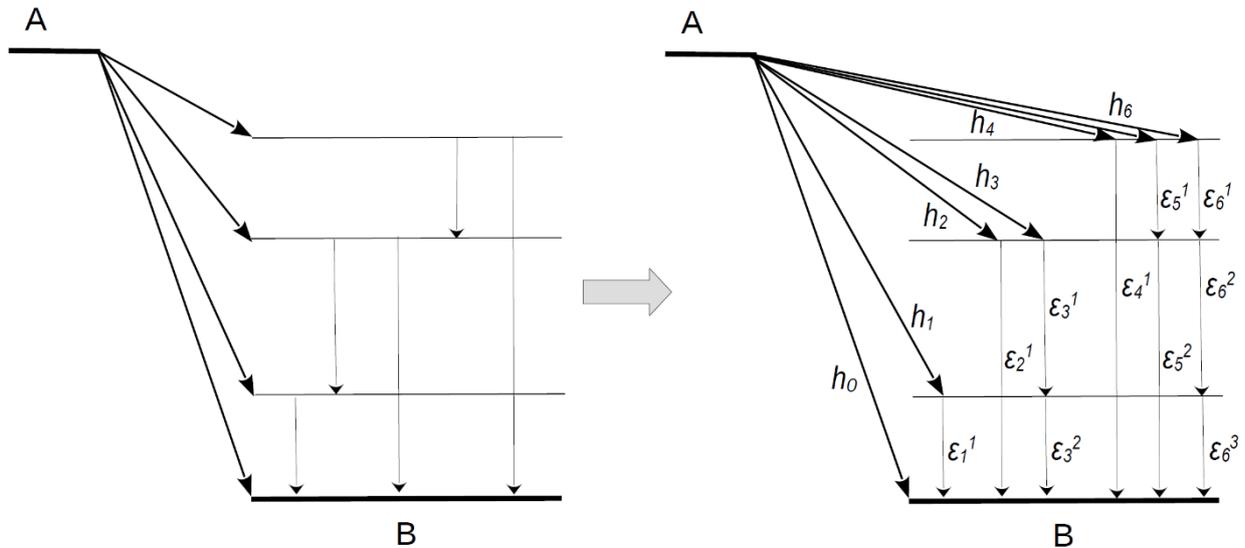


Рисунок 14 – Деление схемы распада на независимые ветви

Эффективность регистрации для фотона энергии E может быть вычислена по формуле [44]

$$\varepsilon(E) = f_G [1 - e^{-\mu_t T}] P_e \quad (10)$$

где f_G – коэффициент, характеризующий геометрическую эффективность $\Omega/4\pi$;

μ_t – зависящий от энергии полный коэффициент ослабления фотонов в кристалле детектора (без учёта упругого рассеяния);

T – среднее расстояние прохождения в кристалле детектора;

P_e – экспоненциальное уравнение пропускания для взаимодействий в материалах поглотителя (источник, воздух, крышка детектора).

Формула (10) не включает в себя эффективность регистрации для тормозного излучения от бета-частиц, аннигиляционного излучения от β^+ -частиц, испускания X_k - фотонов. Вместо расчёта общей эффективности регистрации с использованием аналитического метода, учитывающего все виды излучения, сопровождающие распад радионуклида, для практического

применения используется моделирование методом Монте-Карло. Как правило, берётся полный энергетический спектр и выбирается предельная энергия, ниже которой сигналы не учитываются, что позволяет избежать электронного шума и исключить низкоэнергетическое излучение, эффективность регистрации которого трудно рассчитать. Рассчитанная общая эффективность регистрации, измеряемая в относительных единицах, позволяет получить чувствительность установки, измеряемую в $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$, для конкретных радионуклидов.

2.2 Реализация метода $4\pi\gamma$ -счёта на установке УЭА-7 в составе ГЭТ 6-2016

Описанный выше метод $4\pi\gamma$ -счёта воспроизведения активности радионуклидов реализован на установке УЭА-7 в составе ГЭТ 6-2016 [46]. Внешний вид, конструкция и схема установки представлены на рисунках 15 - 17.



Рисунок 15 – Внешний вид установки УЭА-7 и детектора

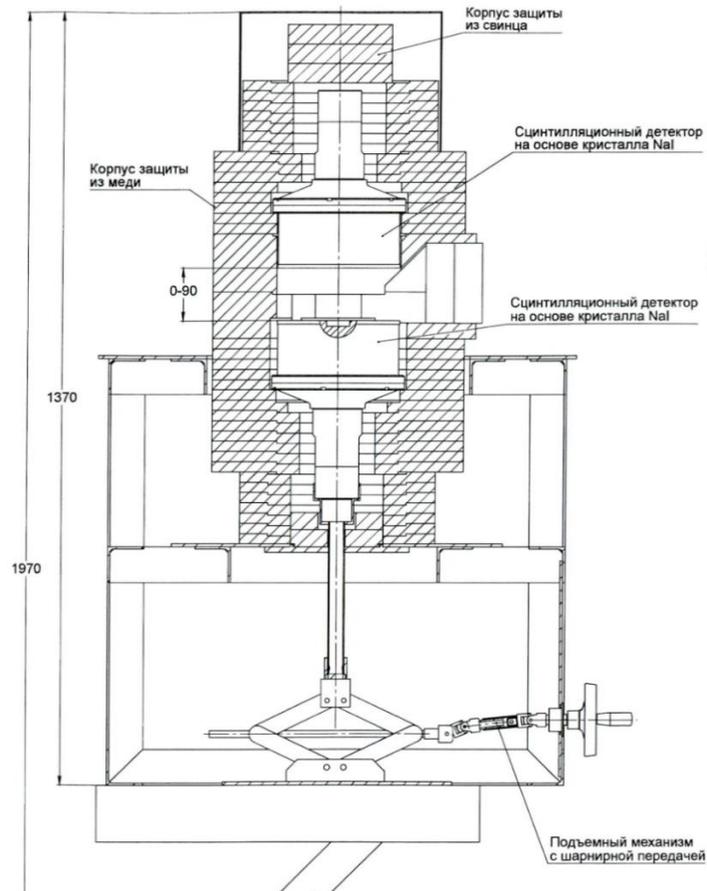


Рисунок 16 – Конструкция установки

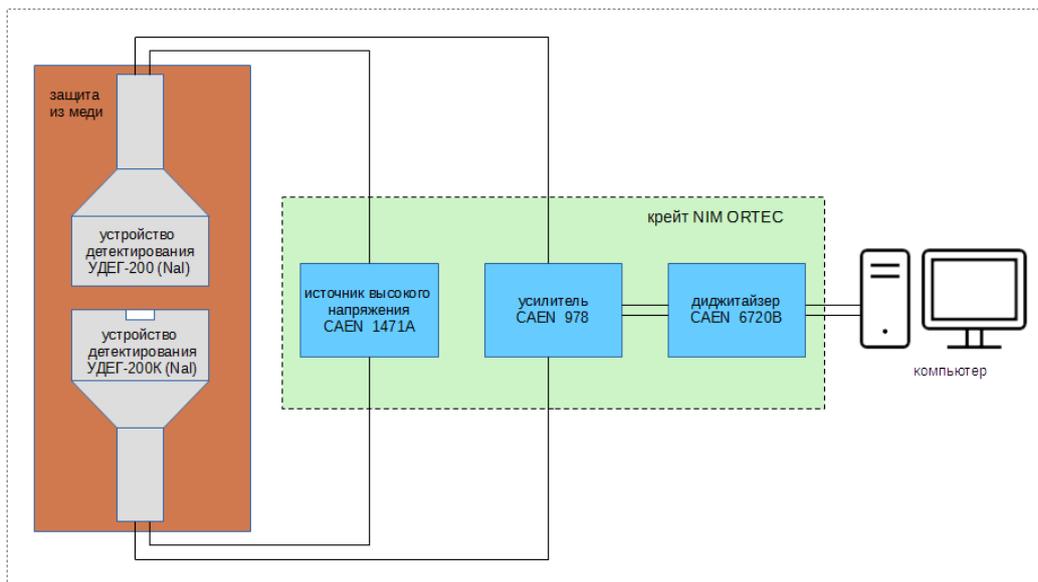


Рисунок 17 – Схема установки УЭА-7

Устройство детектирования выполнено из двух сцинтилляционных детекторов на основе кристалла натрия йодистого, активированного таллием. Диаметр сцинтиллятора 200 мм, высота 100 мм. В нижнем детекторе находится колодец диаметром 42 мм и глубиной 10 мм. Нижний

детектор перемещается для возможности размещения в колодце измеряемого радионуклидного источника. В рабочем положении детекторы соединены между собой для реализации 4 π -геометрии.

Благодаря конструкции детекторов установки УЭА-7 и высокой проникающей способности фотонного излучения возможно проводить прямые измерения активности радионуклидов в конструктиве точечных источников фотонного излучения.

Регистрация сигналов с детекторов и передача на компьютер осуществляется с помощью диджитайзера N6720B производства CAEN (Costruzioni Apparecchiature Elettroniche Nucleari S.p.A.). Диджитайзер преобразует аналоговый сигнал, поступающий с фотонного сцинтилляционного детектора, в цифровой путём разбиения сигнала на последовательность дискретных точек во времени с частотой 250 МГц [45].

Управление диджитайзером осуществляется через специализированное программное обеспечение CAEN. Процесс регистрации импульсов с настраиваемыми параметрами представлен на рисунке 18 [45].

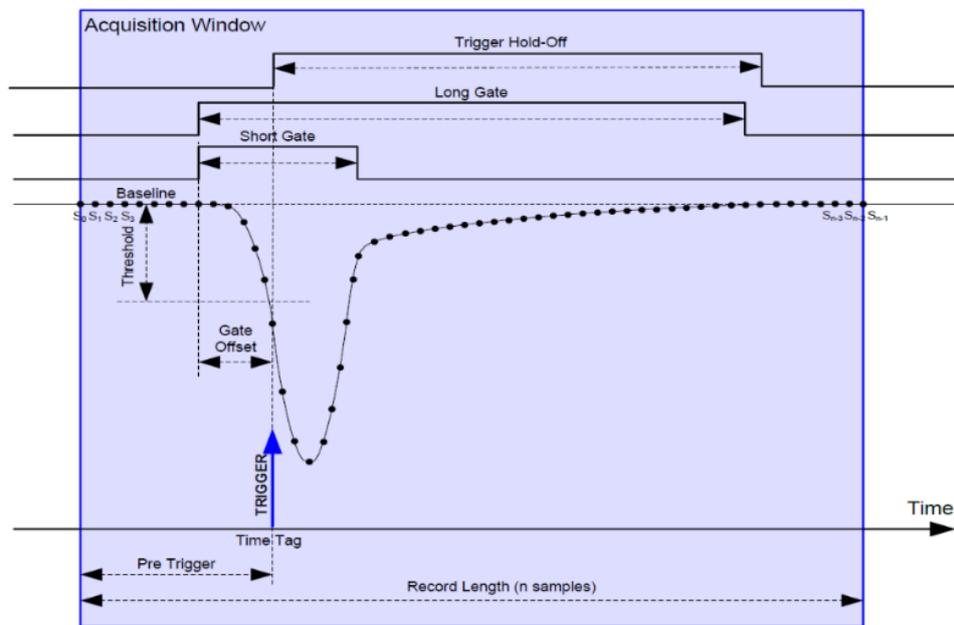


Рисунок 18 – Процесс регистрации импульсов

При срабатывании установленного триггера происходит запись сигнала, соответствующая метке времени Pre Trigger. На интервале времени, соответствующему Trigger Hold-Off, сигналы срабатывания блокируются. При этом базовая линия Baseline остаётся неизменной. Сигнал суммируется по окнам Long Gate и Short Gate для формирования величины импульса, что позволяет сформировать энергетический спектр.

Программа управления диджитайзером позволяет произвести настройку диджитайзера и провести измерения с записью полученной информации на компьютер. В дальнейшем производится обработка записанных результатов измерений с целью получения скоростей счёта импульсов от детекторов.

Благодаря наличию двух детекторов в составе установки, возможна реализация трёх алгоритмов обработки записанных данных для получения скорости счёта импульсов n , с^{-1} :

1) Оба детектора независимы друг от друга:

$$n = n_1 + n_2 - (n_c - n_{\text{сл}}), \quad (11)$$

где n_1 – скорость счёта импульсов в первом детекторе с вычетом фоновой скорости счёта импульсов, с^{-1} ;

n_2 – скорость счёта импульсов во втором детекторе с вычетом фоновой скорости счёта импульсов, с^{-1} ;

n_c – скорость счёта совпадений, с^{-1} ;

$n_{\text{сл}}$ – скорость счёта случайных совпадений, с^{-1} .

В этом режиме важным является правильный выбор разрешающего времени и, соответственно, расчёт случайных совпадений.

2) Детекторы зависимы друг от друга, то есть, после регистрации импульса в одном детекторе, оба детектора находятся в мёртвом времени:

$$n = n_1 + n_2 - n_c, \quad (12)$$

где n_c – скорость счёта совпадений, с^{-1} .

В этом режиме отсутствует скорость счёта случайных совпадений.

3) При обработке данных оба детектора логически объединяются в единый детектор с получением только одного значения скорости счёта импульсов n . Этот алгоритм является наиболее простым и используется при обработке записанных данных.

Использование диджитайзера для регистрации импульсов позволяет провести обработку одних и тех же записанных данных с разными настройками. При этом каждый импульс, поступающий с детекторов, обрабатывается индивидуально. Для подсчёта импульсов берётся во внимание не только величина этого импульса, но и время его регистрации, что позволяет усовершенствовать алгоритм определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени отдельного импульса.

2.3 Совершенствование метода воспроизведения единицы активности радионуклидов

2.3.1 Разработка алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени при измерении активности радионуклидов

Учёт потерь импульсов вследствие наличия мёртвого времени при работе со счётными методами измерения активности радионуклидов имеет большое значение [47-49]. В рамках диссертационной работы: «Мёртвое время – временной интервал, следующий непосредственно за зарегистрированным событием, в течение которого установка не чувствительна для регистрации частиц (фотонов). Мёртвое время определяет просчёты частиц (фотонов), что занижает наблюдаемую (регистрируемую) скорость счёта импульсов. Живое время – время, в течение которого установка чувствительна для регистрации частиц (фотонов).» [Жуков Г.В., АНРИ, 2023 г.] [49]

Оценка скорости счёта зарегистрированных импульсов от различного типа мёртвого времени и реальной (истинной) скорости счёта выражается следующими формулами [51]

$$R = \begin{cases} \frac{n}{1+n\tau_m}, & \text{для непродлевающегося мёртвого времени} \\ ne^{-n\tau_m}, & \text{для продлевающегося мёртвого времени} \end{cases}, \quad (13)$$

где R – скорость счёта зарегистрированных импульсов;

n – истинная скорость счёта импульсов;

τ_m – мёртвое время.

Истинная скорость счёта импульсов при непродлевающемся мёртвом времени проводится по формуле

$$n = \frac{R}{1-R\tau_m}, \quad (14)$$

Значение мёртвого времени определяется методом двух источников или методом источника и генератора из следующего равенства [52, 53]

$$\frac{1}{\left(\frac{1}{R_1}-\tau_m\right)} + \frac{1}{\left(\frac{1}{R_2}-\tau_m\right)} = \frac{1}{\left(\frac{1}{R_{12}}-\tau_m\right)} + \frac{1}{\left(\frac{1}{R_\phi}-\tau_m\right)}, \quad (15)$$

где R_1 – скорость счёта импульсов от первого источника;

R_2 – скорость счёта импульсов от второго источника;

R_{12} – скорость счёта импульсов от двух источников одновременно;

R_ϕ – фоновая скорость счёта импульсов.

В методе двух источников используют радионуклидные источники, каждый из которых создаёт скорость счёта импульсов примерно равную

$$R_1 \approx R_2 \approx \frac{0,04}{\tau_m}, \quad (16)$$

где τ_m – предполагаемый интервал мёртвого времени, с;

R_1, R_2 – регистрируемые скорости счёта импульсов от радионуклидных источников.

Таким образом, получаем

$$\tau_m = \frac{1}{R_{12}} \left(1 - \sqrt{\frac{(R_{12}-R_1)(R_{12}-R_2)}{R_1 R_2}} \right), \quad (17)$$

Формула расчёта мёртвого времени, полученная из формулы (17), с учётом фона [49]

$$\tau_m = \frac{R_1 \cdot R_2 - R_{12} \cdot R_\phi - \sqrt{(R_1 - R_\phi)(R_{12} - R_1)(R_2 - R_\phi)(R_{12} - R_2)}}{R_1 \cdot R_2 \cdot (R_{12} + R_\phi) - (R_1 + R_2) \cdot R_{12} \cdot R_\phi}, \quad (18)$$

При отсутствии второго радионуклидного источника подходящей активности вместо него используют генератор импульсов. Все вычисления проводят по формуле (18), заменяя один из радионуклидных источников генератором импульсов.

В случае продлевающегося мёртвого скорость счёта импульсов формула (13) преобразуется в следующий вид [51]

$$n = R \left[1 + R\tau_m + \frac{3}{2} (R\tau_m)^2 + \frac{8}{3} (R\tau_m)^3 + \frac{125}{24} (R\tau_m)^4 + \dots \right], \quad (19)$$

Скорость счёта зарегистрированных импульсов в случае смешанного мёртвого времени, связанного с характеристиками регистрирующей аппаратуры и наложением регистрируемых сигналов, выражается формулой [51]

$$R = \frac{\theta n}{e^{\theta n \tau_m} + \theta - 1}, \quad (20)$$

где θ – вероятность попадания импульса в различный тип мёртвого времени.

$\theta = 0$ – непродлевающееся мёртвое время, $\theta = 1$ – продлевающееся мёртвое время.

Зависимость произведения наблюдаемой скорости счёта импульсов на мёртвое время ($R\tau$) от произведения истинной скорости счёта импульсов на мёртвое время ($n\tau$) представлена на рисунке 19.

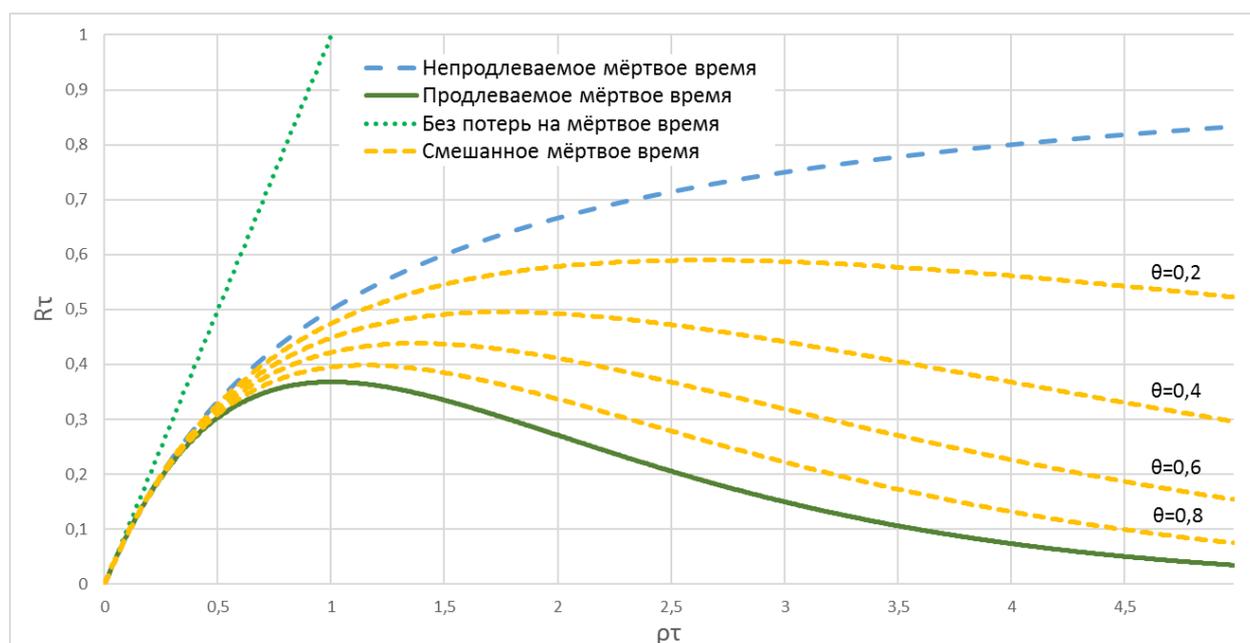


Рисунок 19 – Зависимость произведения наблюдаемой скорости счёта импульсов на мёртвое время ($R\tau$) от произведения истинной скорости счёта импульсов на мёртвое время ($r\tau$)

Мёртвое время каждой конкретной установки, используемой для счётных методов измерений, является уникальным и требуется его определение по формуле (13). Как правило, в таких установках мёртвое время смешанного типа. Для упрощения расчётов принимают, что мёртвое время непродлевающегося типа и определяют его для различных диапазонов нагрузок.

В [49] рассмотрена проблема учёта мёртвого времени по формуле (13) на примере установки УЭАП-1 из состава ГЭТ 6-2016 и его вклад в неопределённость измерений. Как правило, мёртвое время ограничивает верхний диапазон измерений на уровне скорости счёта импульсов $5 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$ с вкладом неопределённости мёртвого времени в относительную стандартную неопределённость измерений более 2 %.

Использование диджитайзера на установке УЭА-7, преобразующего аналоговый сигнал, поступающий с фотонного сцинтилляционного детектора, в цифровой путём разбиения сигнала на последовательность дискретных точек во времени с записью массива данных на компьютер позволяет при обработке данных измерений использовать различные модели мёртвого времени с разными настройками. Алгоритм определения скорости счёта импульсов заключается в создании критериев счёта зарегистрированных импульсов и определения длительности живого времени, необходимых для вычисления скорости счёта с учётом мёртвого времени. Реализация алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени осуществляется с помощью программы, написанной автором на языке Python. В относительных единицах живое время вычисляется по формуле

$$t_{\text{живое}}^{\text{отн.}} = \frac{t_{\text{живое}}}{t_{\text{реальное}}}, \quad (21)$$

где $t_{\text{живое}}$ – живое время измерений – разница между реальным временем и суммой всех интервалов мёртвого времени, с;

$t_{\text{реальное}}$ – реальное время измерений, с.

Скорость счёта импульсов вычисляется по формуле

$$n = \frac{N}{t_{\text{живое}}}, \quad (22)$$

где N – количество посчитанных импульсов.

Реализованная схема регистрации и счёта импульсов представлена рисунке 20. Алгоритм счёта импульсов представлен на рисунке 21.

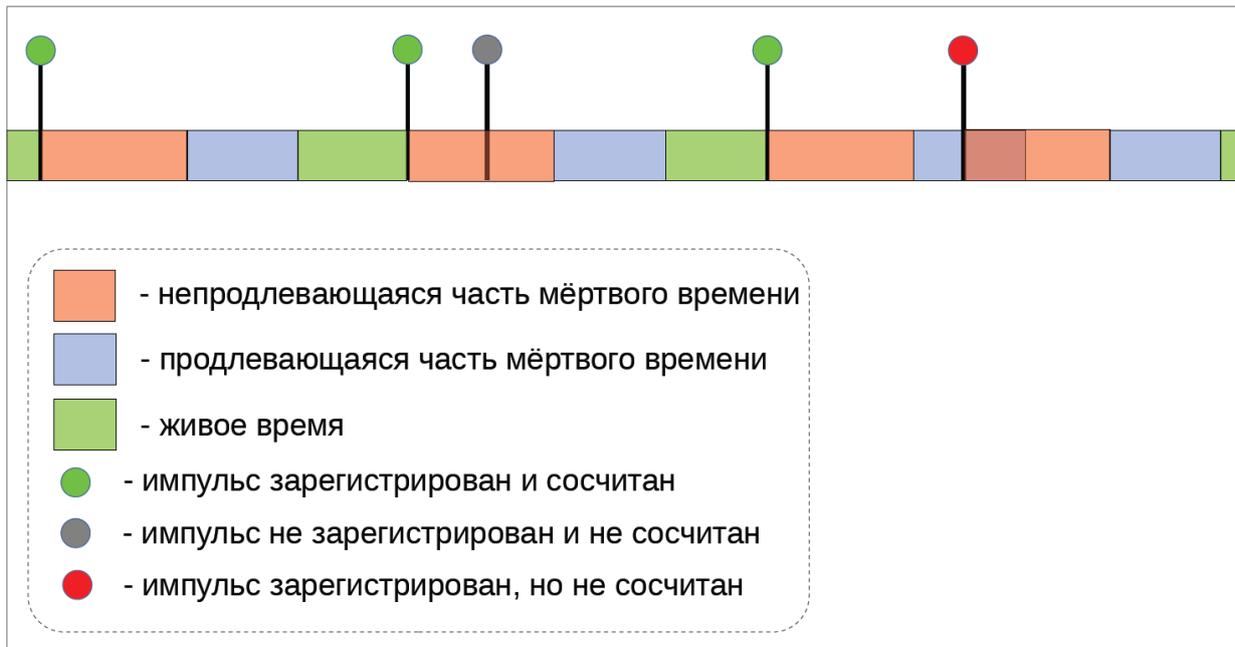


Рисунок 20 – Схема регистрации и счёта импульсов.

Непродлевающаяся часть мёртвого времени – интервал времени Trigger Hold-Off в настройках диджитайзера. Продлевающаяся часть мёртвого времени – интервал времени, задаваемый при обработке массива записанных данных.

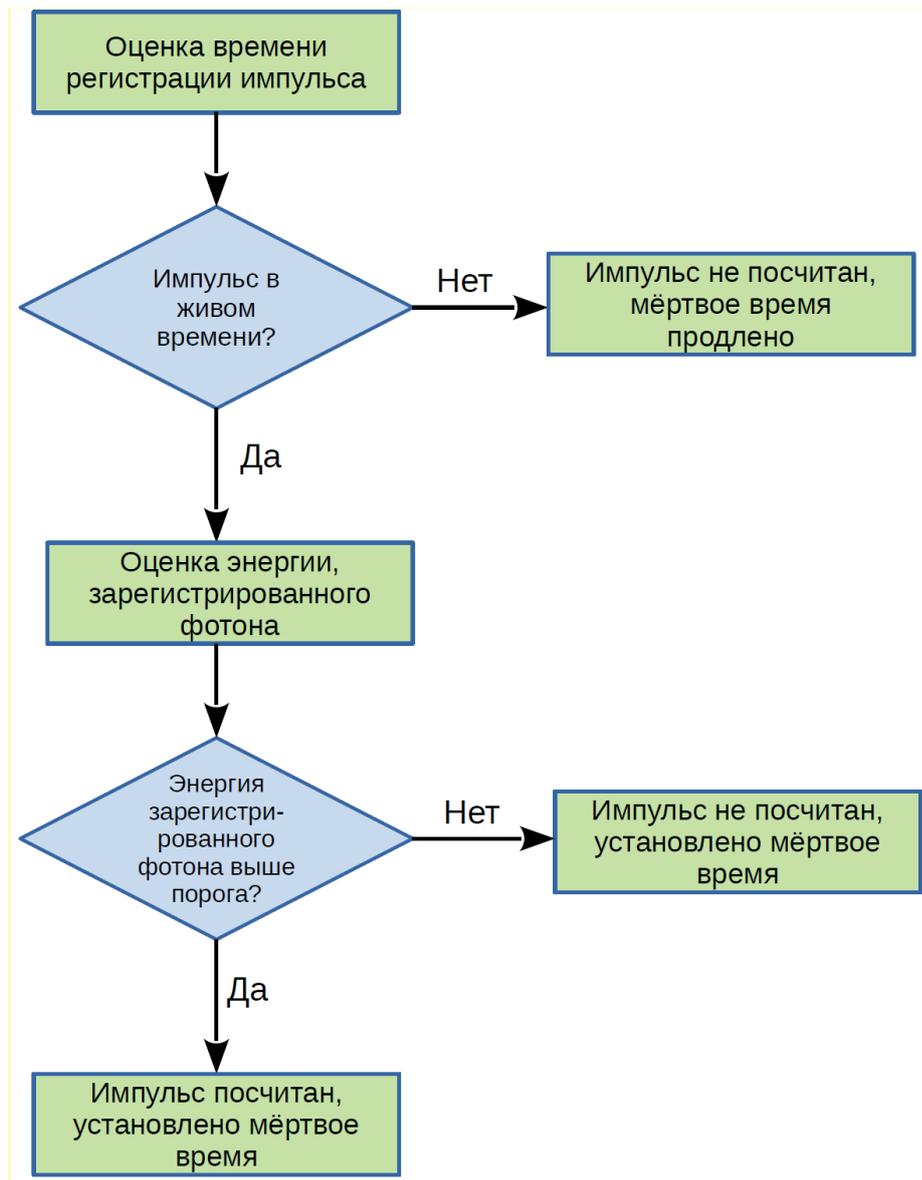


Рисунок 21 – Алгоритм счёта импульсов

Совершенствование алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени позволяет не только исключить из бюджета неопределённости вклад мёртвого времени, но и повысить верхний диапазон измерений активности радионуклидов, численное значение которого необходимо определять и подтверждать экспериментальными исследованиями.

2.3.2 Определение чувствительности установки УЭА-7

Чувствительность установки УЭА-7, η , выраженная через $\text{Бк}^{-1}\cdot\text{с}^{-1}$, для различных радионуклидов определена с применением методов численного моделирования (метод Монте-Карло). Для численного моделирования использован программный комплекс «МСС 3D» (Monte Carlo Calculation 3D) расчёта взаимодействия различных видов излучения с веществом [54]. «МСС 3D» позволяет создавать геометрическую модель с описанием процессов взаимодействия

гамма-квантов, электронов и позитронов с веществом с использованием информации из электронной базы данных [55].

Программный комплекс «МСС 3D» прошёл метрологическую аттестацию во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» (свидетельство об аттестации № С–2101–001 от 27.11.2007 г.) с подтверждением, что «МСС 3D» адекватно описывает физические процессы взаимодействия гамма- и электронного излучения с веществом.

Значения эффективности установки УЭА-7 для моноэнергетического фотонного излучения в диапазоне от 0,01 до 4 МэВ, определённые с помощью программного комплекса «МСС 3D», представлены на рисунке 22.

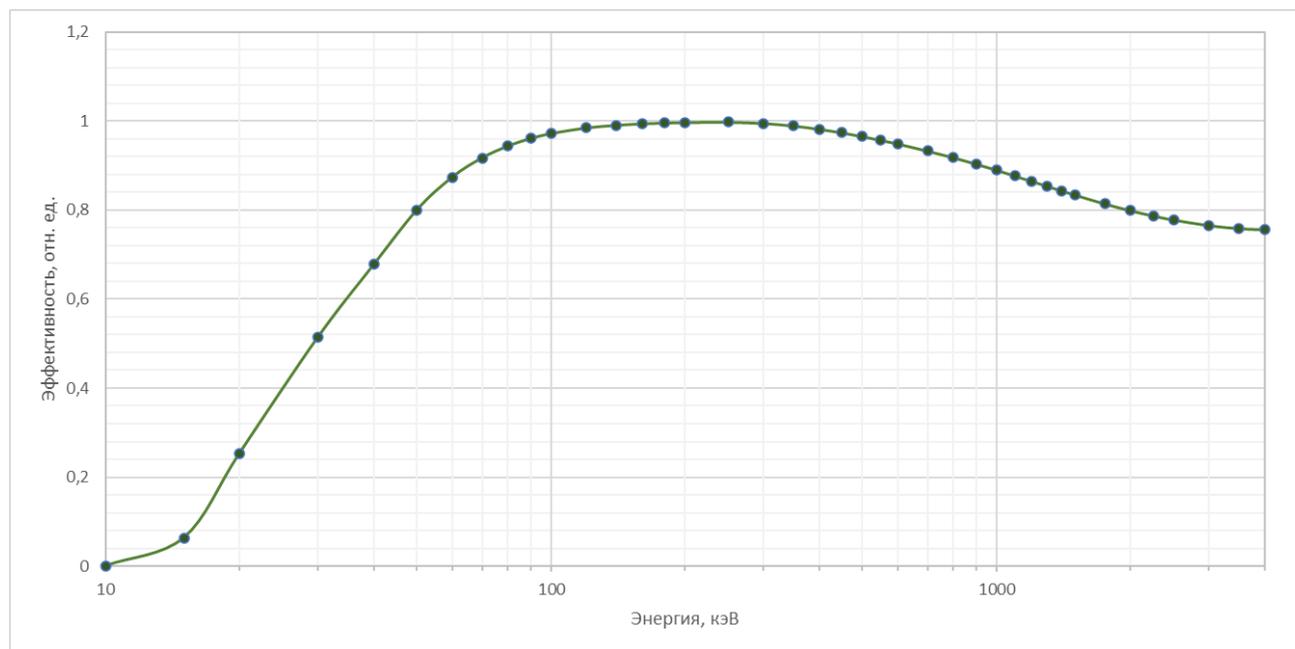


Рисунок 22 – Эффективность установки УЭА-7 к фотонному излучению

При моделировании методом Монте-Карло обрабатывалось 10^9 событий для каждого режима измерения (монолиния или распад радионуклида). Таким образом вклад статистической составляющей составляет менее 0,01 %

Данные о схемах распада радионуклидов со стандартными неопределённостями ($k=1$) взяты из [56-63].

На рисунке 23 представлена визуализация процесса расчёта чувствительности с изображением траекторий гамма-квантов для ^{60}Co , ^{137}Cs и ^{57}Co .

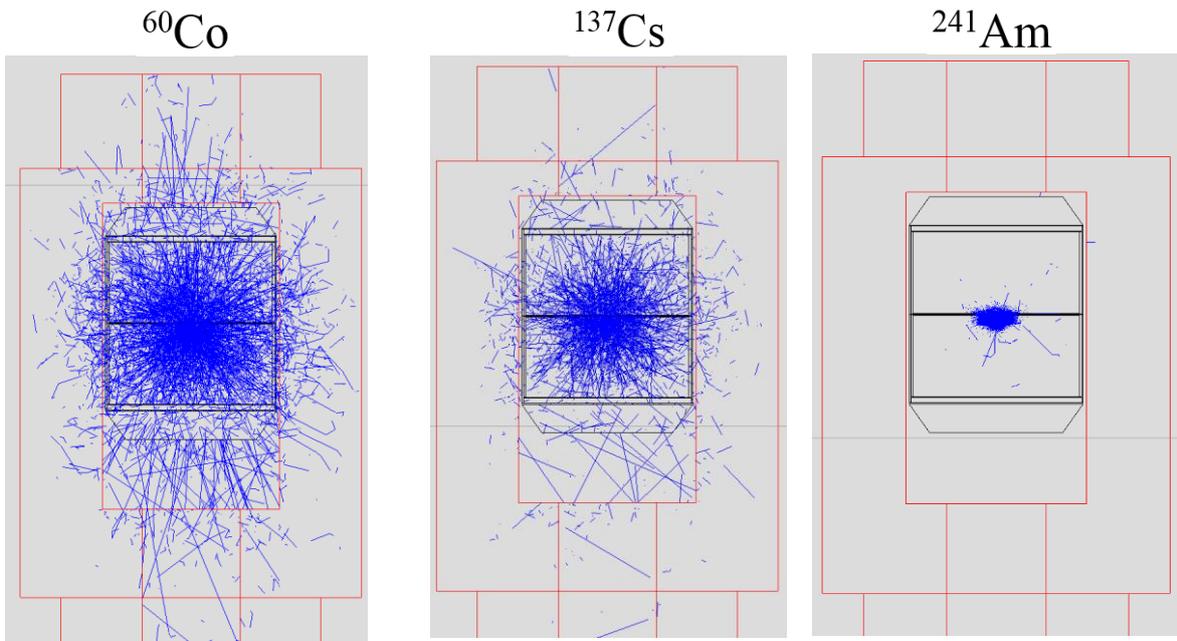


Рисунок 23 – Визуализация процесса расчёта чувствительности

На результаты моделирования влияет достоверность описания геометрии детектора. Для исходных данных конструкции устройства детектирования и защиты установки УЭА-7 использована конструкторская документация ООО «НТЦ «РАДЭК» и паспорта на сцинтилляционные детекторы производства ОАО «Кристалл», изготовленных согласно [64].

Проведён анализ влияния изменения на 10 % толщины «мёртвого слоя» детектора, поглощающего низкоэнергетическое фотонное излучение. Результаты моделирования для моноэнергетического фотонного излучения представлены на рисунке 24.

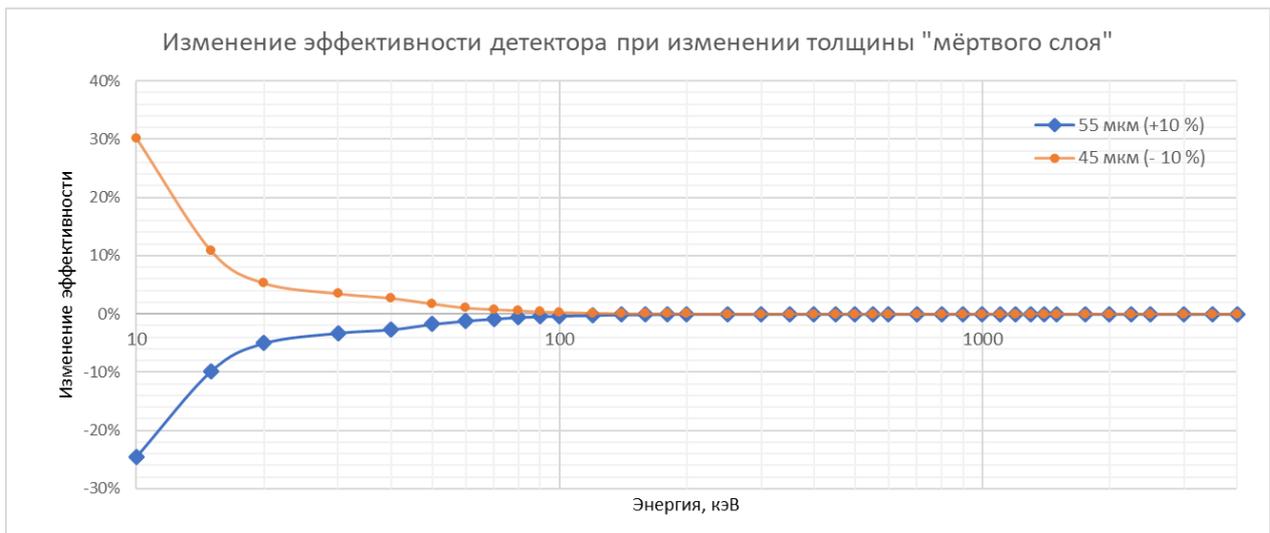


Рисунок 24 – Изменение эффективности установки УЭА-7 к фотонному излучению при изменении толщины «мёртвого слоя» детектора

Проведён анализ влияния уменьшения на 3 % диаметра и высоты сцинтилляционных кристаллов. Результаты моделирования для моноэнергетического фотонного излучения в диапазоне от 0,01 до 4 МэВ представлены на рисунке 25.

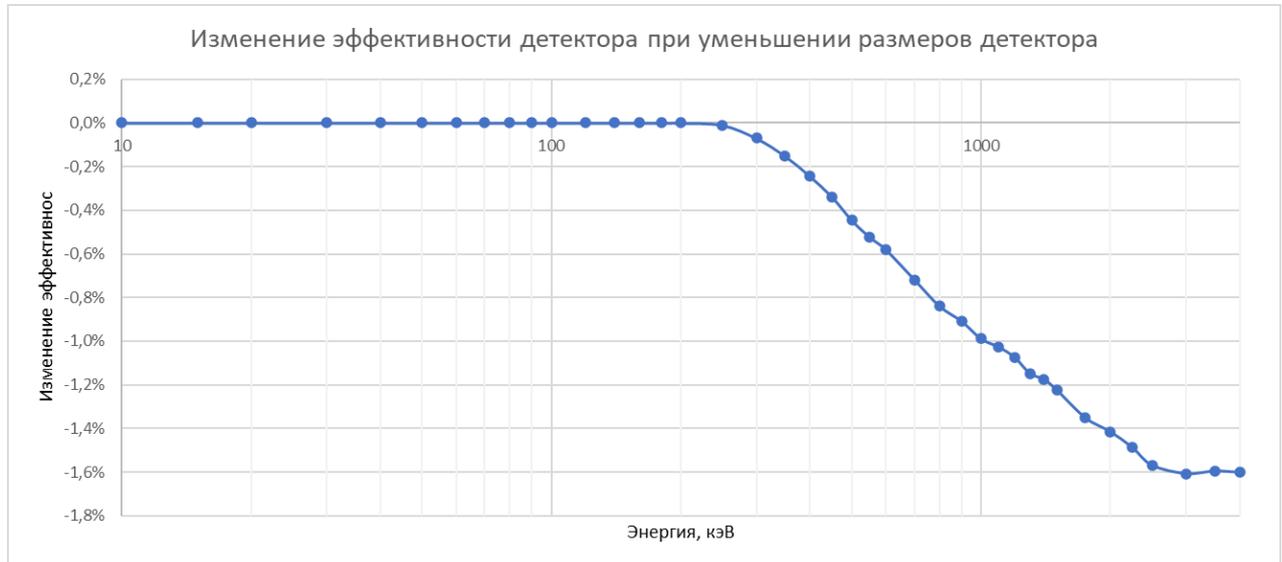


Рисунок 25 – Изменение эффективности установки УЭА-7 к фотонному излучению при уменьшении размеров детектора

Предполагая равномерный закон распределения входной величины чувствительности установки, относительная стандартная неопределённость коэффициента чувствительности установки для измеряемого радионуклида определялась по формуле

$$u(\eta) = \frac{\eta_+ - \eta_-}{\eta \cdot 2\sqrt{3}}, \quad (23)$$

где η_+ - максимальное расчётное значение чувствительности установки, $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$;

η_- - минимальное расчётное значение чувствительности установки, $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$.

Значения чувствительности установки УЭА-7, определённые для радионуклидов с применением метода численного моделирования (метод Монте-Карло) с помощью программного комплекса «МСС 3D» для геометрии точечного фотонного излучения, представлены в таблице 19.

Таблица 19 – Значения чувствительности установки УЭА-7

Радионуклид	Нижний энергетический порог, кэВ	Чувствительность, $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$	Стандартная неопределённость, %
F-18	10	0,966	0,5
Na-22	50	0,995	0,4
Na-24	45	0,96	0,5
Mn-54	20	0,88	0,7

Продолжение таблицы 19

Радионуклид	Нижний энергетический порог, кэВ	Чувствительность, Бк ⁻¹ ·с ⁻¹	Стандартная неопределённость, %
Mn-56	10	0,96	0,7
Co-57	40	0,94	0,5
Co-60	45	0,97	0,4
Ga-68	50	0,885	0,7
Sr-85	40	0,945	0,7
Y-88	30	0,95	0,7
Tc-99m	10	0,88	0,8
Sn-113	45	0,65	1,0
I-131	45	0,94	0,7
Cs-134	45	0,995	0,4
Cs-137	50	0,79	0,7
Ba-133	20	0,99	0,4
Lu-177	10	0,168	0,9
Ce-139	20	0,92	0,7
Eu-152	20	0,98	0,4
Ho-166m	10	0,998	0,4
Au-198	10	0,94	0,7
Th-228	10	1,4	0,9
Am-241	8	0,36	0,9

Расчёт чувствительности установки УЭА-7 для 23 радионуклидов с применением метода численного моделирования Монте-Карло, позволяет использовать его для воспроизведения активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения.

2.4 Выводы к главе 2

Рассмотрены теоретические основы метода 4πγ-счёта применительно к задаче определения активности гамма-излучающих радионуклидов с применением методов численного моделирования, позволяющих выполнить необходимые расчёты чувствительности установки 4πγ-счёта для конкретных радионуклидов.

Проведено научное обоснование применимости метода 4πγ-счёта, реализованного на установке с двумя сцинтилляционными детекторами УЭА-7 в составе ГЭТ 6-2016, для воспроизведения активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения и выполнено его совершенствование посредством:

1. Разработки алгоритма обработки преобразованного аналогового сигнала, поступающего со сцинтилляционных детекторов, в цифровой путём разбиения сигнала на последовательность дискретных точек во времени. Разработанный алгоритм обработки сигналов обеспечивает определение скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени отдельного импульса, что позволило исключить компоненту мёртвого времени из формулы измерений и, соответственно, уменьшить неопределённость измерений активности радионуклидов, а также увеличить верхний диапазон измерений.

2. Определения расчётным методом Монте-Карло чувствительности для 23 радионуклидов в геометрии точечных источников фотонного излучения со стандартной неопределённостью от 0,4 до 1,0 % для измерений с помощью двух детекторов, логически объединённых в один общий детектор, что позволяет использовать метод 4π-счёта не только для определения удельной активности растворов радионуклидов в геометрии тонкого образца без самопоглощения фотонов, но и для образцов, имеющих самопоглощение.

ГЛАВА 3. Разработка и обоснование основных положений методики измерений активности радионуклидов методом 4πγ-счёта

3.1 Модель измерений активности радионуклидов методом 4πγ-счёта

В соответствии с алгоритмом обработки данных, записанных диджитайзером, оба детектора установки логически объединяются в единый детектор с получением общего значения скорости счёта импульсов. С учётом усовершенствованного алгоритма определения скорости счёта импульсов фона и скорости счёта импульсов от радионуклидного источника воспроизведение активности радионуклида в источнике A , Бк, методом 4πγ-счёта на установке УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016 осуществляется по формуле

$$A = \frac{\bar{n} - \bar{n}_\phi}{\eta} \cdot 2^{\frac{\Delta t}{T_{1/2}}}, \quad (24)$$

где \bar{n} – среднее значение скорости счёта импульсов от радионуклидного источника, с^{-1} , вычисленное по формуле

$$\bar{n} = \frac{1}{q} \sum_{i=1}^q n_i, \quad (25)$$

где n_i – скорость счёта импульсов при i -ом измерении, с^{-1} ;

q – количество измерений.

\bar{n}_ϕ – среднее значение фоновой скорости счёта импульсов, с^{-1} , вычисленное по формуле

$$\bar{n}_\phi = \frac{1}{q} \sum_{i=1}^q n_{\phi i}, \quad (26)$$

где $n_{\phi i}$ – скорость счёта импульсов при i -ом измерении фона, с^{-1} .

η – значение чувствительности установки к данному радионуклиду, определённое методом Монте-Карло, $\text{Бк}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$;

Δt – промежуток времени между датой измерения и датой, на которую рассчитывается активность радионуклида, сут.;

$T_{1/2}$ – период полураспада радионуклида, сут..

Оценка расширенной неопределённости измерений активности радионуклидов

Оценка расширенной неопределённости измерений активности радионуклида в относительной форме вычисляется по формуле [65]

$$U = k \cdot u_c(A), \quad (27)$$

где k – коэффициент охвата, принятый равный 2, при уровне доверительной вероятности $P=0,95$;

$u_c(A)$ – относительная суммарная стандартная неопределённость, равная

$$u_c(A) = \sqrt{\left(\frac{\bar{n}}{\bar{n}-\bar{n}_\phi} \cdot u(n)\right)^2 + \left(\frac{\bar{n}_\phi}{\bar{n}-\bar{n}_\phi} \cdot u(n_\phi)\right)^2 + u(\eta)^2 + (\ln(2) \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}} \cdot u(T_{1/2}))^2}, \quad (28)$$

где $u(n)$ – относительная стандартная неопределённость измерений скорости счёта импульсов от радионуклидного источника, равная максимальному значению из $u_{\text{ср.арифм.}}(n)$ и $u_{\text{Пуассон}}(n)$, вычисленных согласно рекомендации [66] по формулам

$$u_{\text{ср.арифм.}}(n) = \frac{1}{\bar{n}_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^q (n_i - \bar{n})^2}{q \cdot (q-1)}}, \quad (29)$$

где \bar{n} – среднее значение скорости счёта импульсов, с^{-1} ;

n_i – скорость счёта импульсов при i -ом измерении, с^{-1} ;

q – количество измерений.

$$u_{\text{Пуассон}}(n) = \frac{1}{\sqrt{\sum_{i=1}^q N_i}}, \quad (30)$$

где N_i – количество зарегистрированных импульсов при i -ом измерении;

q – количество измерений.

$u(n_\phi)$ – относительная стандартная неопределённость измерений скорости счёта импульсов фона, равная максимальному значению из $u_{\text{ср.арифм.}}(n_\phi)$ и $u_{\text{Пуассон}}(n_\phi)$, вычисленных согласно рекомендации [66] по формулам

$$u_{\text{ср.арифм.}}(n_\phi) = \frac{1}{\bar{n}_\phi} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^q (n_{\phi i} - \bar{n}_\phi)^2}{q \cdot (q-1)}}, \quad (31)$$

где \bar{n}_ϕ – среднее значение фоновой скорости счёта импульсов, с^{-1} ;

$n_{\phi i}$ – скорость счёта импульсов при i -ом измерении фона, с^{-1} ;

q – количество измерений.

$$u_{\text{Пуассон}}(n_\phi) = \frac{1}{\sqrt{\sum_{i=1}^q N_{\phi i}}}, \quad (32)$$

где $N_{\phi i}$ – количество зарегистрированных импульсов при i -ом измерении фона;

q – количество измерений.

$u(\eta)$ – относительная стандартная неопределённость чувствительности установки.

$u(T_{1/2})$ – относительная стандартная неопределённость периода полураспада радионуклида;

Δt – промежуток времени между датой измерения и датой, на которую рассчитывается активность радионуклида, сут.;

$T_{1/2}$ – период полураспада радионуклида, сут..

Оценивание относительного суммарного СКО и доверительных границ относительной погрешности ($P=0,95$) измерения активности радионуклидов

Относительное среднее квадратическое отклонение средних арифметических значений результатов измерений скоростей счёта импульсов, $S_{\bar{n}}$, равно максимальному значению из $S_{\bar{n}}^{\text{ср.арифм.}}$ и $S_{\bar{n}}^{\text{пуасс}}$, вычисляемых согласно рекомендации [66] по формулам

$$S_{\bar{n}}^{\text{ср.арифм.}} = \frac{1}{\bar{n}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^q (n_i - \bar{n})^2}{q(q-1)}}, \quad (33)$$

где \bar{n} – среднее значение скорости счёта импульсов, с^{-1} ;

n_i – скорость счёта импульсов при i -ом измерении, с^{-1} ;

q – количество измерений.

$$S_{\bar{n}}^{\text{пуасс}} = \frac{1}{\sqrt{\sum_{i=1}^q N_i}}, \quad (34)$$

где N_i – количество импульсов при i -ом измерении;

q – количество измерений.

Относительное среднее квадратическое отклонение средних арифметических значений результатов измерений фоновых скоростей счёта импульсов, $S_{\bar{n}_\phi}$, равно максимальному значению из $S_{\bar{n}_\phi}^{\text{ср.арифм.}}$ и $S_{\bar{n}_\phi}^{\text{пуасс}}$, вычисляемых согласно рекомендации [66] по формулам

$$S_{\bar{n}_\phi}^{\text{ср.арифм.}} = \frac{1}{\bar{n}_\phi} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^q (n_{\phi i} - \bar{n}_\phi)^2}{q(q-1)}}, \quad (35)$$

где \bar{n}_ϕ – среднее значение фоновой скорости счёта импульсов, с^{-1} ;

$n_{\phi i}$ – скорость счёта импульсов при i -ом измерении фона, с^{-1} ;

q – количество измерений.

$$S_{\bar{n}_\phi}^{\text{пуасс}} = \frac{1}{\sqrt{\sum_{i=1}^q N_{\phi i}}}, \quad (36)$$

где $N_{\phi i}$ – количество импульсов при i -ом измерении фона;

q – количество измерений.

Относительное среднее квадратическое отклонение средних арифметических значений результатов измерений скоростей счёта импульсов с учётом фона и коэффициентов чувствительности определяется по формуле

$$S_{\bar{n}} = \sqrt{\left(\frac{\bar{n}}{\bar{n}-\bar{n}_{\phi}} \cdot \dot{S}_{\bar{n}}\right)^2 + \left(\frac{\bar{n}_{\phi}}{\bar{n}-\bar{n}_{\phi}} \cdot \dot{S}_{\bar{n}_{\phi}}\right)^2}, \quad (37)$$

Границы неисключённой относительной систематической погрешности оценки активности радионуклида определяются по формуле

$$\Theta_{\Sigma} = \Theta_{\eta} + \Theta_{T_{1/2}}, \quad (38)$$

где Θ_{η} – границы неисключённой систематической погрешности чувствительности установки;

$\Theta_{T_{1/2}}$ – границы неисключённой систематической погрешности периода полураспада, вычисленные по формуле

$$\Theta_{T_{1/2}} = \sqrt{3} \cdot \ln(2) \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}} \cdot u(T_{1/2}), \quad (39)$$

где $u(T_{1/2})$ – относительная стандартная неопределённость периода полураспада радионуклида.

Относительное суммарное среднее квадратическое отклонение оценки активности радионуклида определяется по формуле

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\bar{n}}^2 + \frac{\Theta_{\Sigma}^2}{3}}, \quad (40)$$

Доверительные границы относительной погрешности оценки активности радионуклида при доверительной вероятности $P=0,95$ определяются по формуле

$$\Delta_{0,95} = K S_{\Sigma}, \quad (41)$$

где K – коэффициент, определяемый по формуле

$$K = \frac{t S_{\bar{n}} + \Theta_{\Sigma}}{S_{\bar{n}} + \frac{\Theta_{\Sigma}}{\sqrt{3}}}, \quad (42)$$

где t – коэффициент Стьюдента для доверительной вероятности $P=0,95$ и числе степеней свободы $q-1$.

3.2 Разработка счётных образцов для проведения экспериментальных исследований (верификации основных положений методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта)

Радионуклидные источники могут сильно различаться в зависимости от их происхождения (например, из окружающей среды, облучённые), уровня активности радионуклидов, массы, физического состояния и химических свойств, а также их формы и размеров. Один из способов классификации – по методам измерения активности радионуклидов [67]. Упоминаемые в данной диссертационной работе методы измерения активности радионуклидов относятся к группе счётных методов [16], основанных на регистрации и подсчёте отдельных событий взаимодействия с детектором частиц ионизирующего излучения, испускаемых исследуемым образцом. Радионуклидные источники, изготовленные для измерений счётными методами, в дальнейшем будут называться счётными образцами.

Критериями разработки счётных образцов для проведения экспериментальных исследований являлись:

- доступность радионуклидов;
- период полураспада радионуклида, во много раз превышающий время исследований, значительное число испускаемых гамма-квантов с широким энергетическим диапазоном и активность радионуклида, обеспечивающая скорость счёта импульсов на установке $\approx 5 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$, для контроля стабильности установки;
- период полураспада радионуклида, во много раз превышающий время исследования, и низкая энергия испускаемых гамма-квантов для контроля стабильности спектральной характеристики установки;
- период полураспада радионуклида, во много раз превышающий время исследования, и активность радионуклида, обеспечивающая скорость счёта импульсов на установке $\approx 5 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$, для проверки алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени;
- период полураспада, в несколько раз меньше времени исследования, и активность радионуклида, обеспечивающая скорость счёта импульсов на установке от $\approx 5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$, для проверки алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени, а также определения верхнего диапазона измерений.

В качестве счётных образца для контроля стабильности установки и проверки алгоритма учёта мёртвого времени выбран закрытый радионуклидный источник на основе $^{166\text{m}}\text{No}$, представленный на рисунке 26. Активность $^{166\text{m}}\text{No}$ в источнике составляла $4,54 \cdot 10^4 \text{ Бк}$ на 01.01.2018.

Для контроля стабильности спектральной характеристики установки из раствора ^{241}Am изготовлен точечный радионуклидный источник фотонного излучения, представленный на рисунке 27. Активность ^{241}Am в источнике составляла $2,21 \cdot 10^4$ Бк на 21.02.2018.

Для проверки алгоритма учёта мёртвого времени и определения верхнего диапазона измерений использован счётный образец, представляющий из себя микропробирку Эппендорф ёмкостью 0,2 мл с раствором ^{68}Ga , представленный на рисунке 28. Начальная активность ^{68}Ga на момент измерений составляла $3,82 \cdot 10^5$ Бк.

Основные характеристики радионуклидов в счётных образцах представлены в таблице 20 [57, 60, 62].

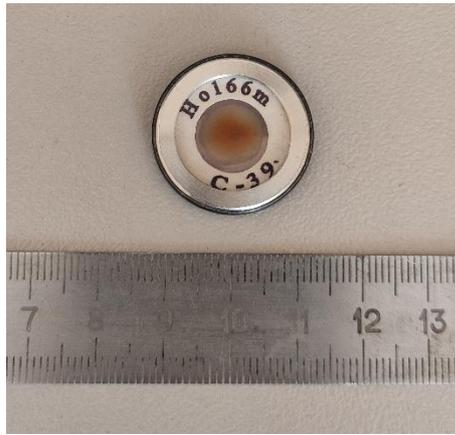


Рисунок 26 – Радионуклидный источник на основе $^{166\text{m}}\text{Ho}$

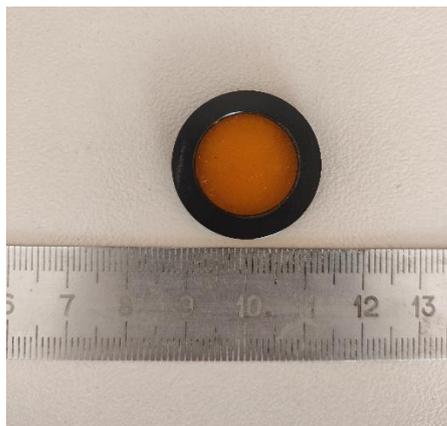


Рисунок 27 – Счётный образец из раствора ^{241}Am

Рисунок 28 – Микропробирка Эппендорф с раствором ^{68}Ga

Таблица 20 – Характеристики радионуклидов

Радионуклид	Период полураспада	Энергия гамма-квантов, кэВ	Интенсивность (квантовый выход), %
Ga-68	67,83 (20) мин.	511	177,8 (8)
		1077,34 (5)	3,235 (30)
Ho-166m	1200 (180) лет	80,5725 (13)	12,66 (23)
		184,4107 (11)	72,5 (3)
		215,871 (7)	2,66 (17)
		280,4630 (23)	29,54 (25)
		300,741 (3)	3,73 (3)
		365,768 (6)	2,46 (4)
		410,956 (3)	11,65 (17)
		451,540 (4)	2,915 (14)
		529,825 (4)	9,4 (4)
		570,995 (5)	5,43 (20)
		670,526 (4)	5,34 (21)
		711,697 (3)	54,9 (9)
		752,280 (4)	12,2 (3)
		778,827 (6)	3,01 (8)
		810,286 (4)	57,3 (11)
830,565 (4)	9,72 (18)		
950,988 (4)	2,744 (19)		
Am-241	432,6 (6) лет	26,3446 (2)	2,31 (8)
		59,5409 (1)	35,92 (17)

Разработанные счётные образцы для проведения экспериментальных исследований позволяют провести верификацию основных положений методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта и составить бюджет неопределённости измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта.

3.3 Проведение экспериментальных исследований и составление бюджета неопределённости измерений активности радионуклидов, оценивание относительного суммарного СКО и доверительных границ относительной погрешности

Для составления бюджета неопределённости измерений активности радионуклидов проведены следующие экспериментальные и теоретические исследования:

- исследование нестабильности фона;
- исследование нестабильности установки УЭА-7 при измерении радионуклидного источника;
- исследование стабильности спектрометрических характеристик установки в низкоэнергетической области спектра;
- исследование алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени;
- определение нижнего диапазона измерений с учётом исследования фона установки.

Исследование нестабильности фона.

Для исследования нестабильности фона проведено измерение фона в течение двух суток. Общее время измерений разбито на 48 интервалов по 3600 с. Результаты определения фоновой скорости счёта импульсов представлены в таблице 21.

Таблица 21 – Результаты измерений фоновой скорости счёта импульсов

Номер цикла	Скорость счёта импульсов, с ⁻¹	Номер цикла	Скорость счёта импульсов, с ⁻¹
1.	72,87	25.	72,73
2.	72,66	26.	72,92
3.	72,98	27.	72,74
4.	72,73	28.	72,99
5.	72,96	29.	73,10
6.	73,14	30.	72,82
7.	72,84	31.	73,01
8.	72,94	32.	72,87
9.	72,67	33.	72,87
10.	72,88	34.	72,84
11.	72,94	35.	72,99
12.	73,00	36.	73,06
13.	72,85	37.	73,03
14.	72,98	38.	73,06
15.	72,75	39.	72,92
16.	72,97	40.	72,85
17.	72,74	41.	72,73
18.	72,76	42.	72,97
19.	72,75	43.	72,78
20.	72,90	44.	72,91
21.	72,89	45.	72,68
22.	72,75	46.	72,87
23.	72,94	47.	72,68
24.	72,62	48.	72,81

Графическое представление изменения фоновой скорости счёта импульсов в течение 48 часов представлено на рисунке 29.

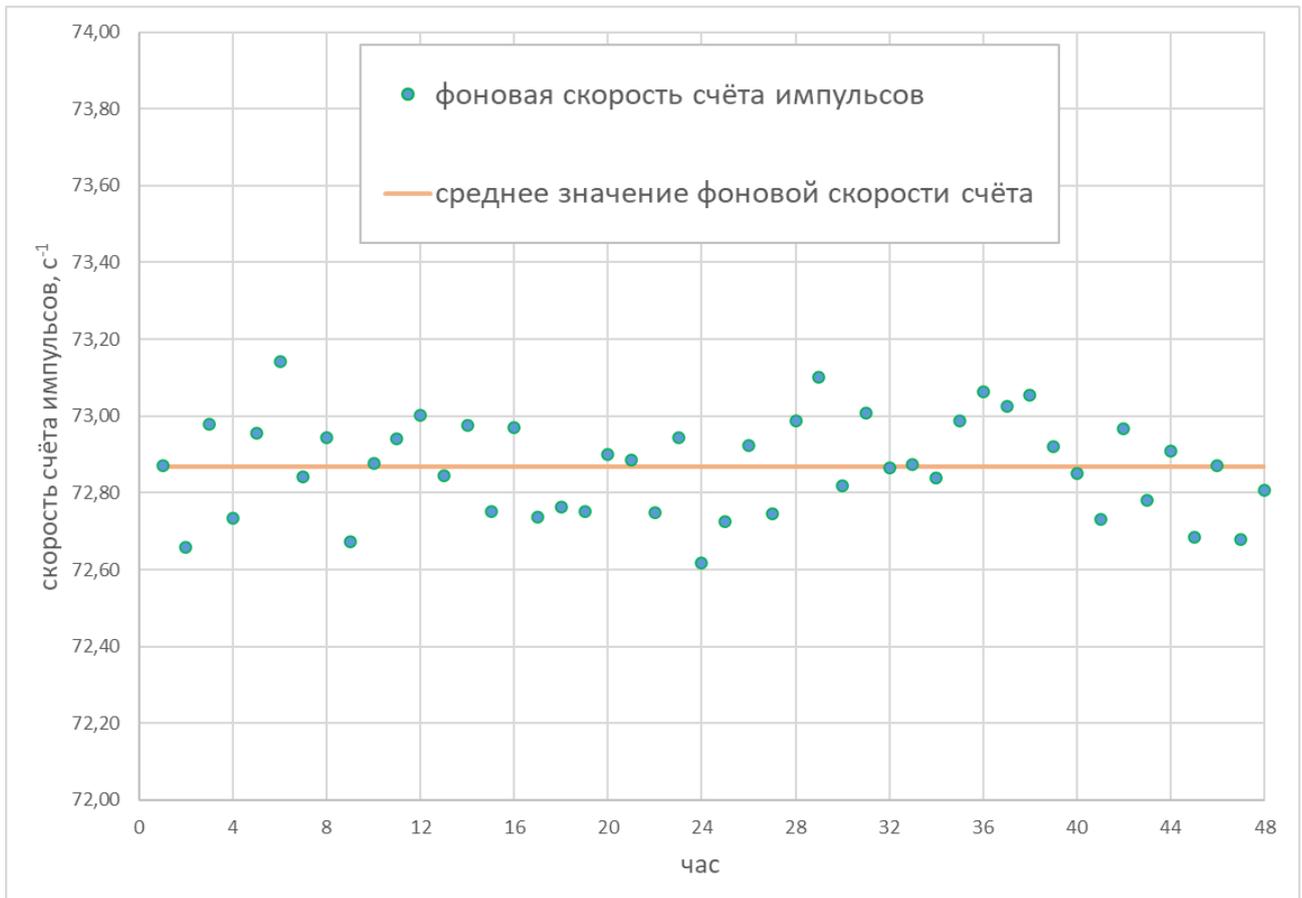


Рисунок 29 – Результаты измерений фоновой скорости счёта импульсов

Относительная стандартная неопределённость измерений фоновой скорости счёта импульсов в течение двух суток, вычисленная по формулам 32 и 33 составляет 0,028 %. Измерение фона производится перед каждым измерением радионуклидного источника, что позволяет исключить влияние нестабильности фона на результаты измерений.

Исследование нестабильности установки при измерении радионуклидного источника

Для контроля нестабильности установки УЭА-7 был использован счётный образец с радионуклидом $^{166\text{m}}\text{No}$. Данный источник был выбран благодаря большому периоду полураспада, 1200 лет, и значительному числу испускаемых гамма-квантов с энергией от 80,6 до 1427,2 кэВ [57]. Измерения проведены в течение 2018 года. Нестабильность установки рассчитана по формуле [68]

$$v = \max\left(\frac{|A_i - A_1|}{A_1}\right), \quad (43)$$

где A_1 – активность $^{166\text{m}}\text{No}$, определённая при первом измерении, Бк;

A_i – активность $^{166\text{m}}\text{No}$, определённая при i – м измерении, Бк.

Результаты определения нестабильности представлены в таблице 22.

Таблица 22 – Долговременная нестабильность при измерении ^{166m}Ho

Номер цикла	Активность ^{166m}Ho приведённая на 01.12.2018, Бк	$v_i = \left(\frac{ A_i - A_1 }{A_1} \right), \%$
1.	45497	-
2.	45499	0,0037
3.	45493	0,0088
4.	45498	0,0019
5.	45507	0,0207
6.	45484	0,0288
7.	45507	0,0220
8.	45502	0,0113
9.	45515	0,0394
10.	45495	0,0057
11.	45492	0,0118
12.	45486	0,0242
13.	45491	0,0144
14.	45490	0,0162
15.	45486	0,0245
16.	45493	0,0098
17.	45490	0,0155
18.	45483	0,0323
19.	45490	0,0169
20.	45492	0,0118
21.	45505	0,0160
22.	45490	0,0165
23.	45481	0,0367
24.	45492	0,0114
25.	45501	0,0083
26.	45493	0,0101
27.	45497	0,0005
28.	45485	0,0266
29.	45501	0,0074
30.	45490	0,0161
31.	45495	0,0060
32.	45488	0,0201
Максимум		0,039

Значение нестабильности установки УЭА-7 при измерениях радионуклидного источника в течение года составило 0,04 %, что позволяет не включать нестабильность установки в бюджет неопределённости измерений.

Исследование стабильности спектрометрических характеристик установки в низкоэнергетической области спектра

Детекторы установки УЭА-7 изготовлены из кристаллов натрия йодистого, активированного таллием. Детекторы изготовлены в августе 2015 года ОАО «Кристалл», г. Усолье-Сибирское. Детектор № 4877 входит в состав блока детектирования

БДЕГ-200-13-1, детектор № 4878 – в состав блока детектирования БДЕГ-200-14-1. Размеры сцинтилляторов (диаметр×высота) 200×100 мм. В детекторе № 4878 выполнен колодец размером (диаметр×высота) 42×10 мм.

Проведён анализ пяти измерений ^{241}Am , выполненных за двухлетний период с 2016 по 2018 год. Выбор ^{241}Am обусловлен наличием в спектре гамма-излучения пика низкой энергии 59,54 кэВ с достаточно большим квантовым выходом 35,92 %, а в случае деградации детекторов наиболее сильно изменятся пики низкоэнергетического интервала. Проведено сравнение формы реперного пика, результаты представлены на рисунке 30.

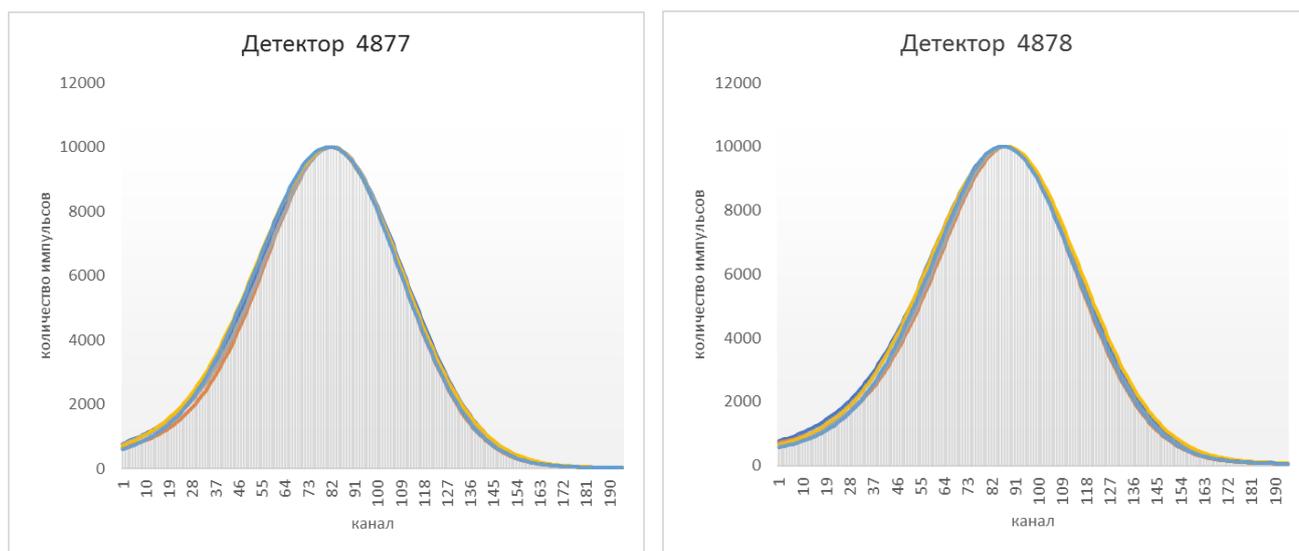


Рисунок 30 – Формы пиков 59,54 кэВ

Относительное энергетическое разрешение для энергии 59,54 кэВ, определялось по формуле [69]

$$\xi_{\text{отн}} = \frac{\Delta_{\text{п}} \cdot K}{E} \cdot 100, \quad (44)$$

где $\Delta_{\text{п}}$ – ширина пика полного поглощения на его полувысоте, число каналов;

K – значение энергетической ширины канала, кэВ/канал;

E – значение энергии пика полного поглощения, кэВ.

Форма пиков в диапазоне 59,54 кэВ для обоих детекторов не изменилась. Относительное энергетическое разрешение для энергии 59,54 кэВ составляло 20,7 % для детектора № 4877 и 19,9 % для детектора № 4878 в течение всего периода наблюдений, что подтверждает стабильность детекторов установки УЭА-7.

Исследование алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени

Для исследования алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени на установке УЭА-7 были использованы два подхода [49]:

1) Обработка однократного измерения счётного образца на основе ^{166m}Ho с изменением установки интервала мёртвого времени от 8 мкс до 200 мкс для одного и того же измерения при определении скорости счёта импульсов.

2) Анализ снижения скорости счёта импульсов при измерении счётного образца на основе ^{68}Ga , в том числе при различных установках мёртвого времени.

Результаты измерения ^{166m}Ho

Проведено измерение счётного образца на основе ^{166m}Ho на установке УЭА-7. Общее время измерения 86000 с. Результаты обработки измерений с разным установками мёртвого времени представлены в таблице 23. Среднее квадратическое отклонение определено по формуле

$$S_{\text{пуасс}} = \frac{1}{\sqrt{N_j}}, \quad (45)$$

где N_j – количество сосчитанных импульсов при j -й установке мёртвого времени.

Таблица 23 – Результаты обработки измерения счётного образца на основе ^{166m}Ho

Установленное мёртвое время, мкс	Количество сосчитанных импульсов, N_j	Скорость счёта импульсов, n_j , с ⁻¹	$S_{\text{пуасс}}$, %	Живое время, %
8	$2,70 \cdot 10^9$	45421	0,0019	69,1
24	$1,31 \cdot 10^9$	45418	0,0028	33,4
40	$6,31 \cdot 10^8$	45419	0,0040	16,1
56	$3,05 \cdot 10^8$	45421	0,0057	7,79
72	$1,48 \cdot 10^8$	45423	0,0082	3,76
88	$7,14 \cdot 10^7$	45422	0,012	1,81
104	$3,45 \cdot 10^7$	45416	0,017	0,879
120	$1,67 \cdot 10^7$	45412	0,025	0,428
136	$8,07 \cdot 10^6$	45403	0,035	0,209
152	$3,91 \cdot 10^6$	45423	0,051	0,103
168	$1,89 \cdot 10^6$	45443	0,073	0,050
184	$9,14 \cdot 10^5$	45478	0,10	0,025
200	$4,41 \cdot 10^5$	45487	0,15	0,013

Взвешенное среднее значение скорости счёта импульсов определено согласно [48] по формуле

$$\bar{n}_{\text{взв.ср}} = \frac{\sum_{j=1}^q (N_j \cdot n_j)}{\sum_{j=1}^q N_j}, \quad (46)$$

где N_j – вес j -го значения, равный количеству сосчитанных импульсов при j -й установке мёртвого времени;

n_j – скорость счёта импульсов при j -й установке мёртвого времени, с^{-1} ;

$q = 13$ – количество установок мёртвого времени.

Взвешенное среднее значение скорости счёта импульсов составило $4\,5420 \text{ с}^{-1}$.

Изменение скорости счёта импульсов от счётного образца на основе $^{166\text{m}}\text{Ho}$ при изменении интервала мёртвого времени от 8 мкс до 200 мкс представлено на рисунке 31.

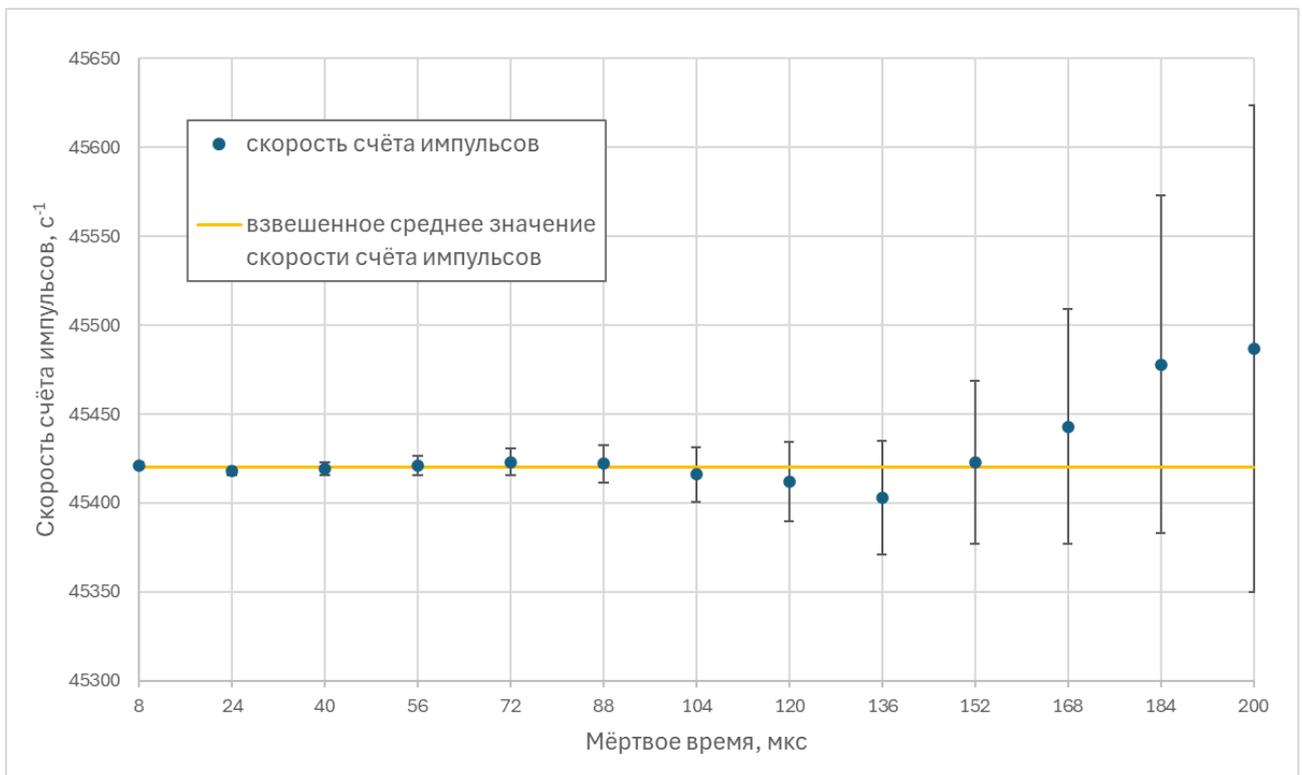


Рисунок 31 – Зависимость скорости счёта импульсов от установленного мёртвого времени

Взвешенное среднее значение скорости счёта импульсов находится в пределах $2 \cdot S^{\text{пуасс}}$, определённого по формуле (45), что доказывает применимость алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени отдельного импульса при различных установках интервала мёртвого времени и предельном значении живого времени 0,013 %.

Результаты измерения ^{68}Ga

Измерение короткоживущего радионуклида ^{68}Ga ($T_{1/2} = 67,83$ мин) [62] является наглядным способом проверки алгоритма определения скорости счёта и учёта мёртвого времени [49]. На рисунках 32 и 33 представлено уменьшение скорости счёта импульсов от счётного образца на основе ^{68}Ga за время приблизительно равное 7,5 периодам полураспада при различных установках интервала мёртвого времени. Формула уравнения тренда и величина достоверности аппроксимации R^2 вычислена по формуле [50]

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - P_i)^2}{(\sum_{i=1}^n y_i^2) - \frac{(\sum_{i=1}^n y_i)^2}{q}}, \quad (47)$$

где y_i – экспериментальные значения, с^{-1} ;

P_i – значения линии тренда, с^{-1} ;

q – количество значений, равное 3 000.

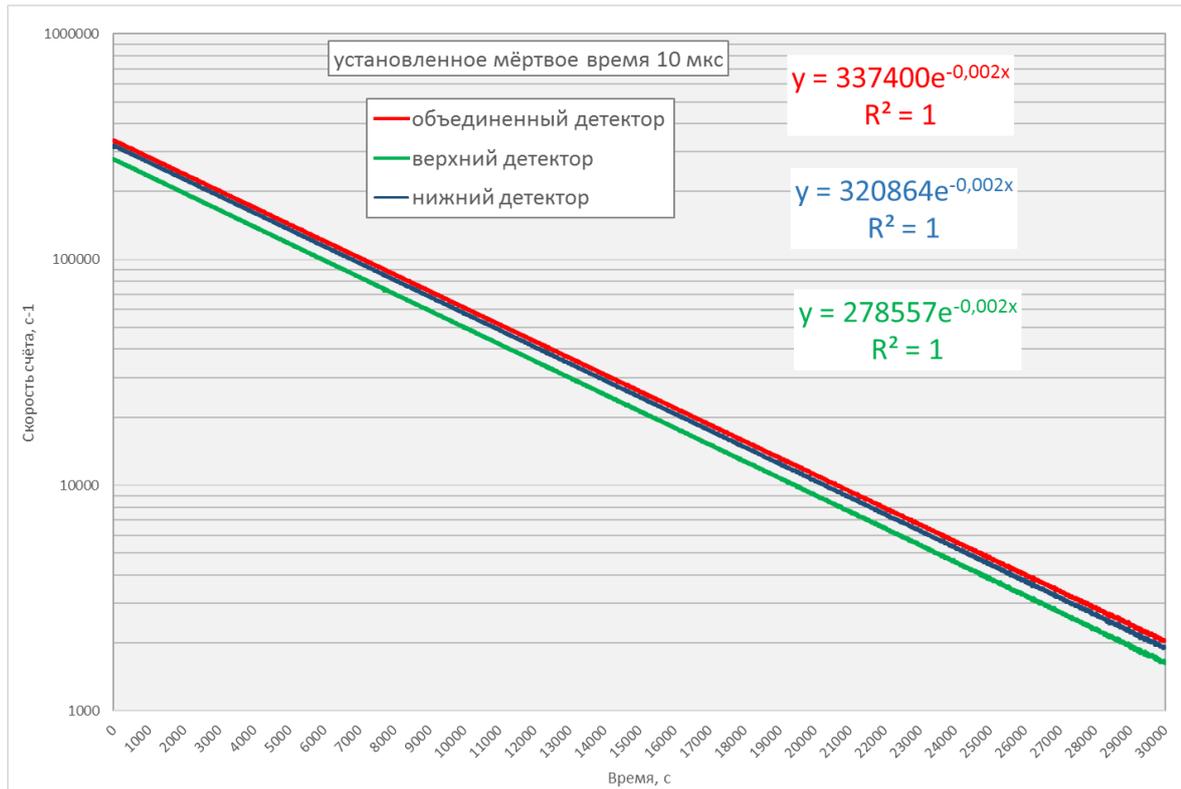


Рисунок 32 – Уменьшение скорости счёта импульсов при мёртвом времени 10 мкс

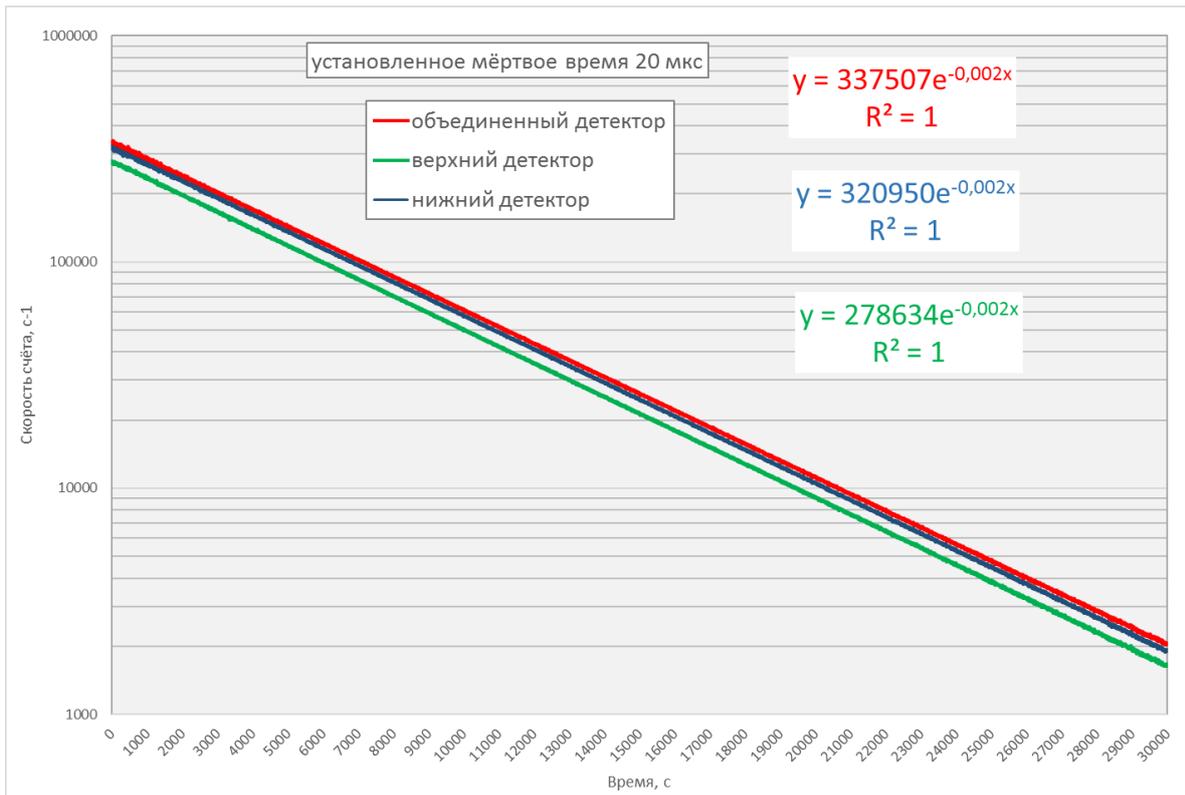


Рисунок 33 – Уменьшение скорости счёта импульсов при мёртвом времени 20 мкс

В таблице 24 представлены данные обработки результатов измерений при различных настройках мёртвого времени [49].

Таблица 24 – Результаты измерений при установленном мёртвом времени 10 мкс и 20 мкс.

Детектор	Мёртвое время, мкс	Живое время в первые 10 с, %	Формула уравнения тренда	R^2
Объединённый детектор	10	4,07	$y = 337400e^{-0,002x}$	1
	20	0,14	$y = 337507e^{-0,002x}$	1
Верхний детектор	10	8,43	$y = 320864e^{-0,002x}$	1
	20	5,17	$y = 320950e^{-0,002x}$	1
Нижний детектор	10	6,37	$y = 278557e^{-0,002x}$	1
	20	2,52	$y = 278634e^{-0,002x}$	1

Величина достоверности аппроксимации R^2 , равная 1, показывает точное соответствие уменьшения скорости счёта импульсов экспоненциальной функции. При этом значения скорости счёта импульсов в начальный момент времени при разных установках мёртвого времени отличаются на 0,03 %.

Зависимость произведения наблюдаемой скорости счёта импульсов на мёртвое время ($R\tau$) от произведения скорости счёта импульсов на мёртвое время ($n\tau$) при установленном продляемом мёртвом времени 10 мкс и 20 мкс представлена на рисунках 34 и 35.

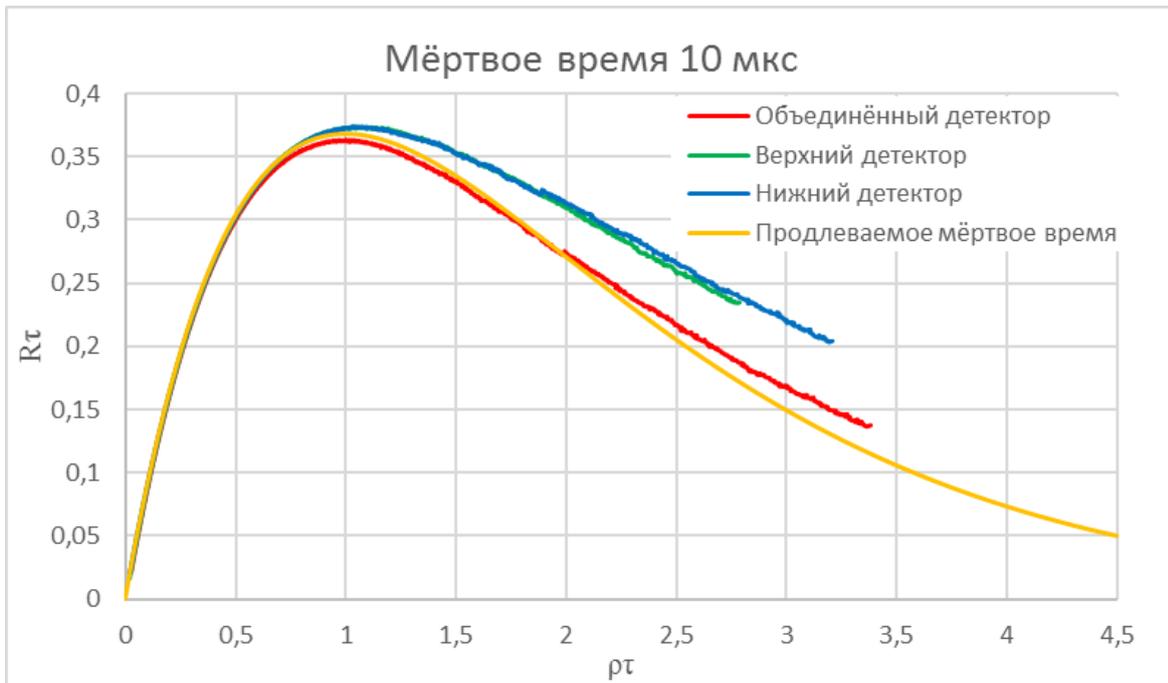


Рисунок 34 – Графическое представление зависимости произведения наблюдаемой скорости счёта импульсов на мёртвое время ($R\tau_m$) от произведения скорости счёта импульсов на мёртвое время ($n\tau_m$) при установленном мёртвом времени 10 мкс.

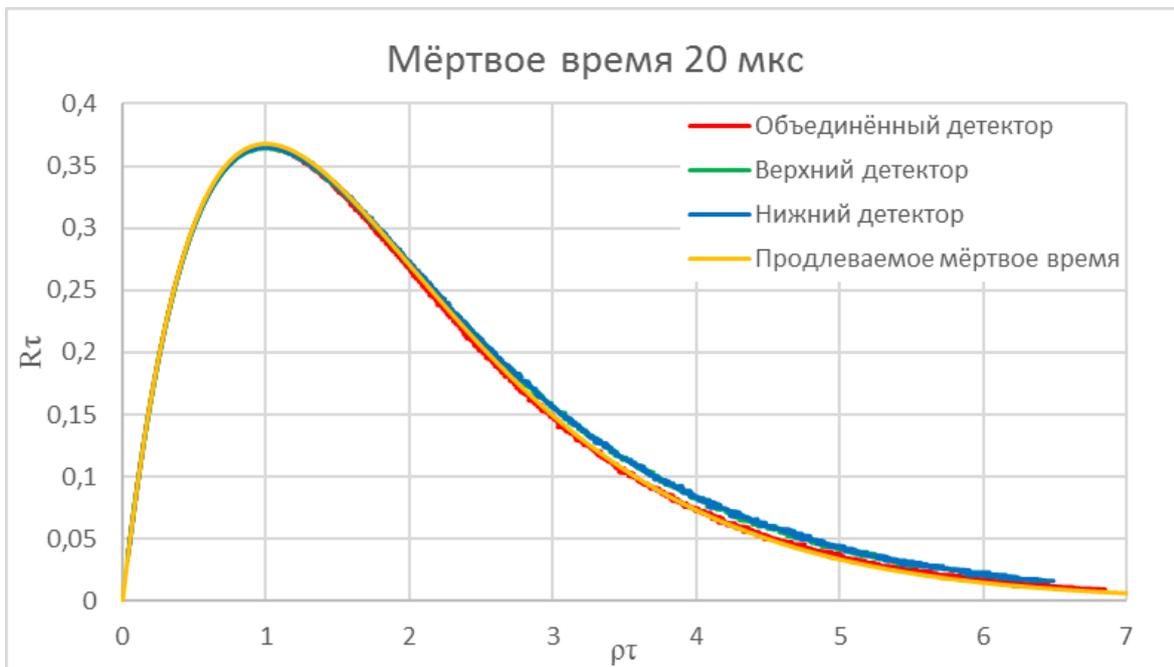


Рисунок 35 – Графическое представление зависимости произведения наблюдаемой скорости счёта импульсов на мёртвое время ($R\tau_m$) от произведения скорости счёта импульсов на мёртвое время ($n\tau_m$) при установленном мёртвом времени 20 мкс.

Увеличение мёртвого времени приближает полученные при обработке зависимости $R\tau_m$ от $n\tau_m$ к теоретической для продлевающегося мёртвого времени вследствие увеличения доли

импульсов, попавших в продлевающуюся часть мёртвого времени и уменьшения доли импульсов попавших в непродлевающееся мёртвое время.

Усовершенствование алгоритма определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени на УЭА-7, а так же проведённые экспериментальные исследования влияния мёртвого времени на скорость счёта импульсов при больших нагрузках и экстремально низких значениях живого времени позволяют увеличить верхний диапазон измерения активности радионуклидов до $5 \cdot 10^5$ Бк и исключить компоненту мёртвого времени из бюджета неопределённости.

Определение нижнего диапазона измерений активности радионуклидов установки УЭА-7

Определение нижнего диапазона измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта на установке УЭА-7 производилось методом математического моделирования по критерию относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений. Моделирование проводилось варьированием активности радионуклида и времени измерения.

Результаты моделирования относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений согласно формуле (27) в зависимости от активности ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{241}Am и времени измерений представлены на рисунках 36–38.

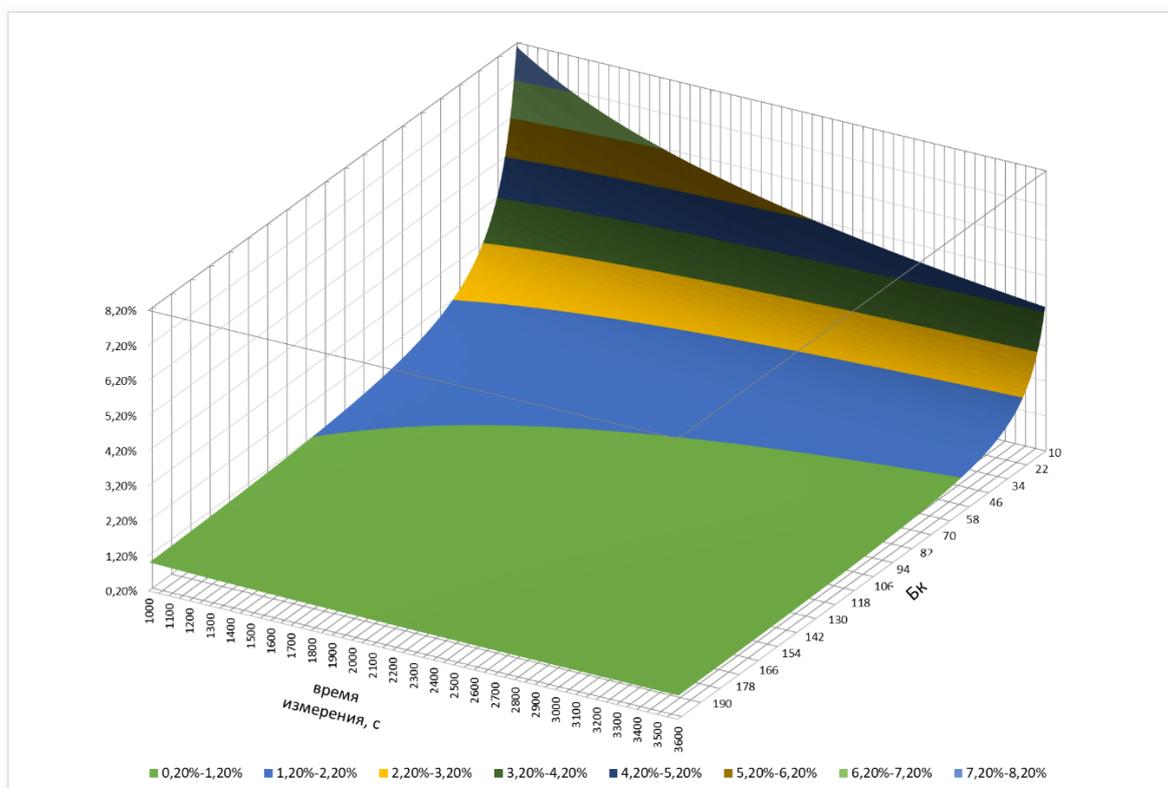


Рисунок 36 – Зависимость относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений от активности ^{133}Ba и времени измерения

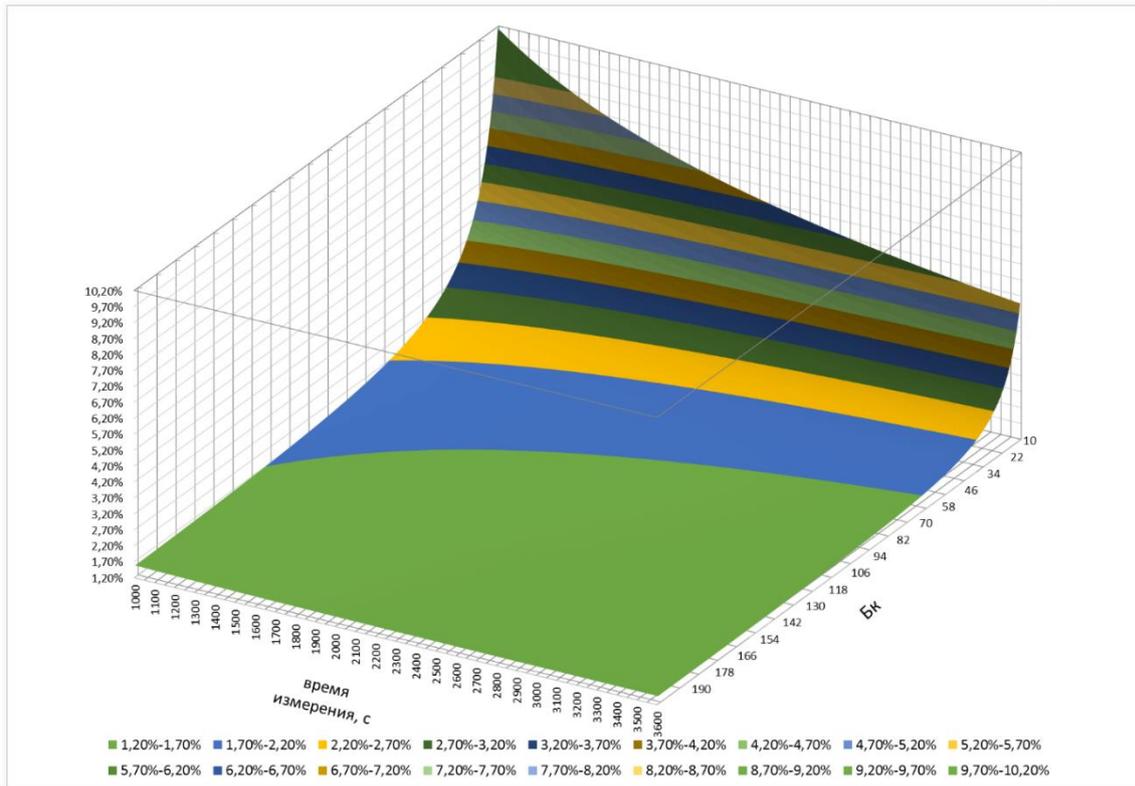


Рисунок 37 – Зависимость относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений от активности ^{137}Cs и времени измерения

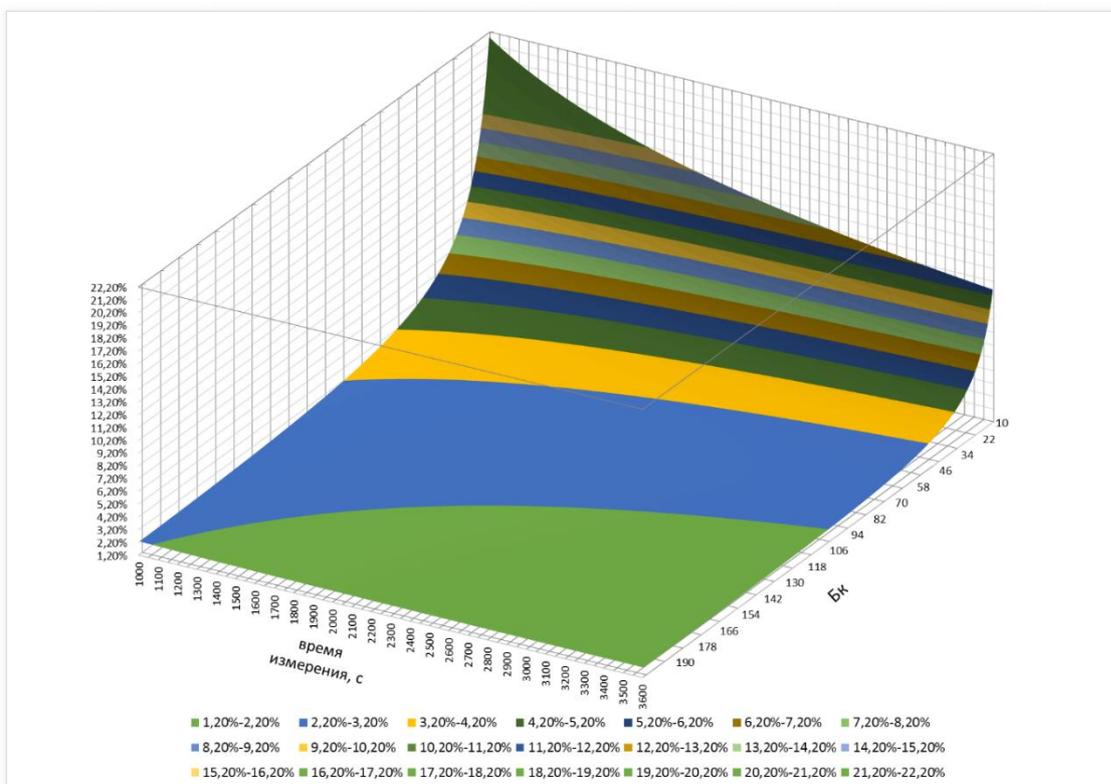


Рисунок 38 – Зависимость относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений от активности ^{241}Am и времени измерения

Результаты моделирования относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений согласно формулы (27) в зависимости от активности ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{241}Am и времени измерений в табличной форме представлены в таблицах 25–27.

Таблица 25 – Результаты моделирования зависимости относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений от активности ^{133}Ba и времени измерения, %

Активность радионуклида, Бк	Время измерения, с			
	1000	1800	3000	3600
10	8,12	6,07	4,73	4,33
15	5,53	4,15	3,26	2,99
20	4,24	3,20	2,53	2,34
30	2,96	2,27	1,83	1,70
40	2,34	1,82	1,50	1,41
60	1,74	1,40	1,20	1,14
80	1,45	1,20	1,06	1,02
100	1,29	1,10	0,99	0,96
150	1,09	0,97	0,91	0,89

Таблица 26 – Результаты моделирования зависимости относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений от активности ^{137}Cs и времени измерения, %

Активность радионуклида, Бк	Время измерения, с			
	1000	1800	3000	3600
10	9,92	7,63	5,97	5,48
15	6,77	5,25	4,16	3,84
20	5,22	4,09	3,29	3,06
30	3,71	2,97	2,47	2,32
40	2,98	2,45	2,09	2,00
60	2,30	1,98	1,77	1,71
80	2,00	1,77	1,63	1,60
100	1,83	1,67	1,57	1,54
150	1,65	1,54	1,49	1,47

Таблица 27 – Результаты моделирования зависимости относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений от активности ^{241}Am и времени измерения, %

Активность радионуклида, Бк	Время измерения, с			
	1000	1800	3000	3600
10	21,85	16,33	12,70	11,62
15	14,36	11,03	8,62	7,90
20	10,90	8,40	6,61	6,08
30	7,47	5,82	4,65	4,31
40	5,78	4,57	3,72	3,47
60	4,15	3,38	2,85	2,71
80	3,38	2,83	2,47	2,37
100	2,95	2,54	2,27	2,20
150	2,46	2,19	2,04	2,00

Результаты моделирования наглядно показывают зависимость относительной расширенной ($k=2$) неопределённости измерений от активности радионуклида и времени измерения. В зависимости от предполагаемой активности радионуклида и целевой неопределённости измерений целесообразно выбирать оптимальное время измерений.

Бюджет неопределённостей измерений и составляющие погрешности оценки активности радионуклидов

На основании проведённых экспериментальных исследований составлен бюджет неопределённости измерений активности радионуклидов в диапазоне значений от $1 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^5$ Бк, представленный в таблице 28. Составляющие погрешности оценки активности радионуклидов в диапазоне значений от $1 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^5$ Бк приведены в таблице 29. Неопределённости измерений, связанные с измерением времени, пренебрежительно малы и не учтены в бюджете неопределённости.

Таблица 28 – Бюджет неопределённости измерений активности радионуклидов

Величина	Относительная стандартная неопределённость		Тип оценивания	Коэффициент чувствительности	Вклад в суммарную стандартную неопределённость, %
	обозначение	значение, %			
Скорость счёта импульсов от измеряемого радионуклидного источника	$u(n)$	от 0,02 до 0,30	A	$\frac{\bar{n}}{\bar{n} - \bar{n}_\phi}$	от 0,02 до 1,5
Скорость счёта импульсов фона	$u(n_\phi)$	не более 0,4	A	$\frac{\bar{n}_\phi}{\bar{n} - \bar{n}_\phi}$	от 0,01 до 1,5
Чувствительность установки, рассчитанная методом Монте-Карло	$u(\eta)$	от 0,4 до 1,4	B	1	от 0,4 до 1,4
Период полураспада	$u(T_{1/2})$	не более 0,1	B	$\ln 2 \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}}$	от 0,001 до 0,25
Относительная суммарная стандартная неопределённость					от 0,4 до 2,5
Относительная расширенная неопределённость с коэффициентом охвата $k=2$					от 0,8 до 5

Таблица 29 – Составляющие погрешности оценки активности радионуклидов

Величина	Обозначение	Коэффициент чувствительности	Вклад в погрешность, %	
			S_i	Θ_i
Скорость счёта импульсов от измеряемого радионуклидного источника	\bar{n}	$\frac{\bar{n}}{\bar{n} - \bar{n}_\phi}$	от 0,02 до 0,20	–
Скорость счёта импульсов фона	\bar{n}_ϕ	$\frac{\bar{n}_\phi}{\bar{n} - \bar{n}_\phi}$	от 0,01 до 1,5	–
Чувствительность установки, рассчитанная методом Монте-Карло	η	1	–	от 0,7 до 1,7
Период полураспада	$T_{1/2}$	$\ln 2 \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}}$	–	от 0,001 до 0,43
Относительное суммарное СКО			от 0,4 до 2,5	
Доверительные границы относительной погрешности (P=0,95)			от 0,7 до 5	

3.4 Разработка методики измерений активности радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения методом 4πγ-счёта

При разработке методики измерений активности радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения методом 4πγ-счёта руководствовались положениями [65, 71-73]. Основные разделы методики, формализованные в методике калибровки, приведены ниже.

Область распространения

Методика калибровки (далее – Методика) устанавливает порядок калибровки радионуклидных источников фотонного излучения типа ОСГИ-3, ОСГИ-Р, ОСГИ-РТ, ОСГИ-А, ИМН-Г-1 и др. в единицах активности радионуклидов методом 4πγ-счёта.

Методика предназначена для использования работниками научно-исследовательского отдела измерений ионизирующих излучений (НИО 210) ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» при выполнении работ по калибровке в соответствии с областью аккредитации закреплённой за НИО 210.

Назначение

Методика предназначена для калибровки радионуклидных источников в единице активности радионуклидов в диапазоне значений от $1 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^5$ Бк.

Расширенная неопределённость ($k=2$) измерений активности радионуклида в зависимости от типа радионуклида и диапазона измерений составляет от 0,8 % до 5 %. Относительное

суммарное СКО - от 0,4 % до 2,5 %. Доверительные границы относительной погрешности ($P=0,95$) – от 0,7 % до 5 %.

Требования к радионуклидным источникам, подлежащим калибровке

Радионуклидные источники должны иметь паспорт Изготовителя с указанием радиоактивных примесей.

Должны отсутствовать механические повреждения радионуклидных источников.

Эталоны, средства измерений

Измерения активности радионуклидов проводятся на установке УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016. Для подготовки выполнения измерений активности радионуклидов применяют средства измерений, указанные в таблице 30.

Таблица 30 – Средства измерений

Наименование	Обозначение	Метрологические характеристики
Метеомер	МЭС-200А	Диапазон измерения температуры от минус 40 °С до плюс 85 °С. Погрешность $\pm 0,2$ °С в диапазоне от минус 10 °С до плюс 50 °С, $\pm 0,5$ °С в диапазоне от минус 40 °С до минус 10 °С и от плюс 50 °С до 85 °С. Диапазон измерения давления от 80 до 110 кПа. Погрешность $\pm 0,3$ кПа при температуре от 0 °С до 60 °С, ± 1 кПа при температуре от минус 20 °С до 0 °С. Диапазон измерения влажности от 10 % до 98 %. Погрешность ± 3 %.
Дозиметр рентгеновского и гамма-излучения	ДКС-АТ1123	Диапазон измерений от 0,05 до $1 \cdot 10^7$ мкЗв/ч. Основная относительная погрешность ± 15 %.
Спектрометр гамма-излучения	DSPec	Диапазон энергий регистрируемого гамма-излучения от 40 до 3000 кэВ. Энергетическое разрешение по соответствующим линиям гамма-излучения: 122 кэВ (Eu-152) – 0,91 кэВ 1332 кэВ (Co-60) – 1,74 кэВ
Примечание - Допускается применение оборудования, имеющего метрологические характеристики не хуже указанных в таблице.		

Условия выполнения калибровки

Условия выполнения измерений приведены в таблице 31.

Таблица 31 – Условия выполнения измерений

Температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25
Относительная влажность воздуха, %	не более 80
Атмосферное давление, кПа	от 97 до 104
Мощность дозы гамма-излучения в месте размещения эталонной установки, не более, мкЗв/ч	0,25

Требования безопасности и квалификационные требования

Работы по методике проводятся в соответствии с требованиями действующей инструкции по радиационной безопасности при эксплуатации радиационных источников.

К выполнению работ допускают сотрудников лаборатории, имеющих опыт работы по калибровке радионуклидных источников на установке УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016, ознакомленных с руководством по эксплуатации.

Порядок выполнения измерений при калибровке

На полупроводниковом гамма-спектрометре определяют наличие радионуклидных примесей и сравнивают с данными, указанными в паспорте изготовителя. При превышении содержания радионуклидных примесей паспортных значений калибровку радионуклидного источника не проводят или учитывают при составлении бюджета неопределённости измерений.

Подготавливают к проведению измерений установку УЭА-7 в соответствии с руководством по эксплуатации.

Выполняют 10 измерений скорости счета импульсов фона установки. Время одного измерения не менее 100 секунд.

Выполняют 10 измерений скорости счета импульсов от радионуклидного источника, время одного измерения не менее 100 секунд.

Обработка результатов измерений

Обработка результатов измерений, оценка расширенной ($k=2$) неопределённости измерений активности радионуклидов, оценивание относительного суммарного СКО и доверительных границ относительной погрешности ($P=0,95$) измерения активности радионуклидов осуществляется в соответствии с формулами основных положений методики, описанных в разделе 3.1.

3.5 Выводы к главе 3.

Разработаны и обоснованы основные положения методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта. Модель измерений учитывает реализацию метода $4\pi\gamma$ -счёта на установке УЭА-7 в ГЭТ 6-2016 с логическим объединением двух детекторов установки в единый детектор и разработанный алгоритм определения скорости счёта импульсов с учётом мёртвого времени.

Разработаны счётные образцы из радионуклидов ^{68}Ga , $^{166\text{m}}\text{Ho}$, ^{241}Am для проведения экспериментальных исследований и верификации основных положений методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта. На основе теоретических и экспериментальных данных составлен бюджет расширенной ($k=2$) неопределённости измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта в диапазоне значений от $1\cdot 10^1$ до $5\cdot 10^5$ Бк, а также проведено

оценивание относительного суммарного СКО и доверительных границ относительной погрешности ($P=0,95$).

Разработанная методика измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта на установке УЭА-7 из состава ГЭТ 6-2016 внедрена в отделе измерений ионизирующих излучений ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в виде методики калибровки СК 03-210-МК/39-22-С «Методика калибровки радионуклидных источников фотонного излучения в единице активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта».

ГЛАВА 4. Доказательство эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов различными методами, реализуемыми в ГЭТ 6-2016

4.1 Разработка принципов доказательства эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов различными методами, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, с использованием образцов активности и удельной активности радионуклидов

Доказательство эквивалентности воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\alpha\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта, КХ- γ -совпадений, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, возможно только посредством сличения установок с подтверждёнными в международных ключевых сличениях измерительными возможностями.

Сопоставление результатов измерений разными методами и через международные ключевые сличения возможно через измерение удельной активности радионуклидов в растворе и измерение активности в радионуклидных источниках. Разработанная и реализованная в рамках диссертационного исследования схема доказательства эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов представлена на рисунке 39.

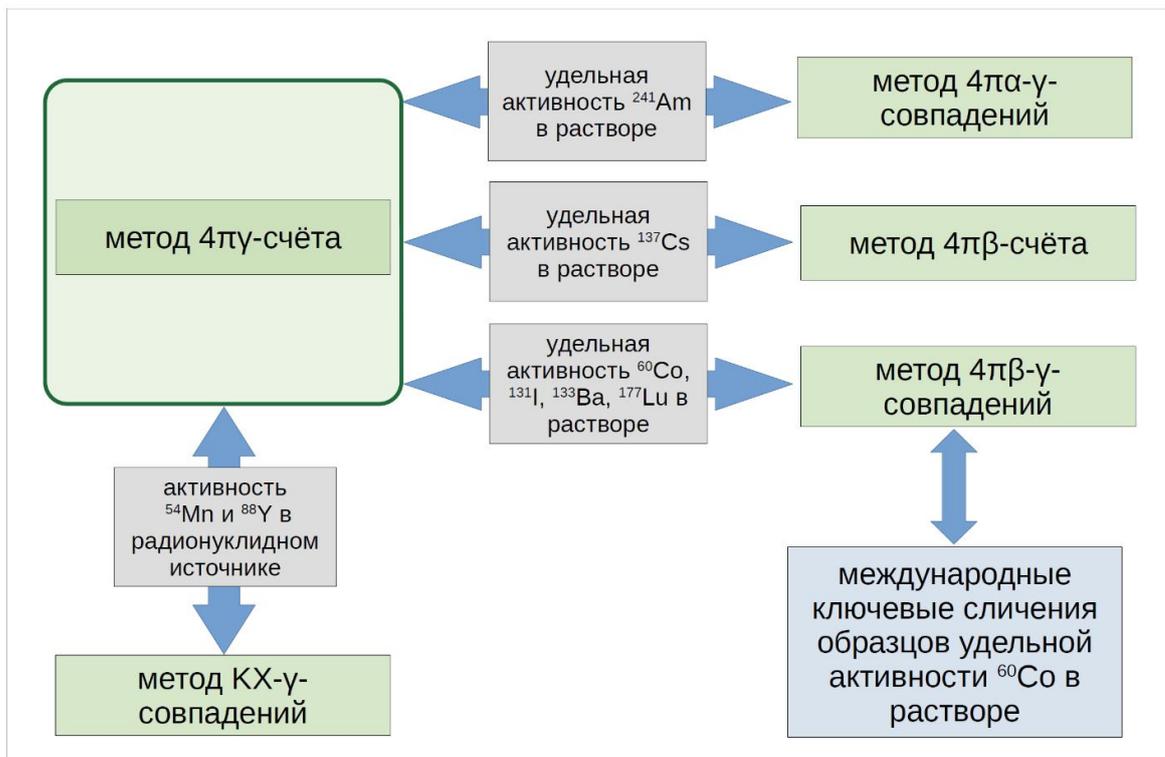


Рисунок 39 – Схема доказательства эквивалентности воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов

Значение удельной активности радионуклида $A_{удj}$, Бк/г, в аликвоте раствора радионуклида рассчитывалось по формуле, полученной из формулы (24)

$$A_{удj} = \frac{(\bar{n}_j - \bar{n}_\phi)}{m_j \cdot \eta} \cdot 2^{\frac{\Delta t}{T_{1/2}}} \quad (48)$$

где m_j – масса аликвоты раствора в j -ом счётном образце, г.

Взвешенное среднее значение удельной активности радионуклида $\bar{A}_{уд}$, Бк/г, в растворе вычислялось по формуле [66]

$$\bar{A}_{уд} = \frac{\sum_{j=1}^q (p_j \cdot A_{удj})}{\sum_{j=1}^q p_j} \quad (49)$$

где $p_j = \frac{1}{u(n_j)^2} \cdot \frac{\bar{n}_j}{\bar{n}_j - \bar{n}_\phi}$;

q – количество счётных образцов, использованных при измерении.

Оценка расширенной неопределённости измерений удельной активности радионуклида в растворе в относительной форме определялась по формуле [65]

$$U = 2 \cdot u_c(A_{уд}) \quad (50)$$

где $u_c(A_{уд})$ – относительная суммарная стандартная неопределённость, равная

$$u_c(A_{уд}) = \sqrt{u(\bar{A}_{уд})^2 + \left(\frac{\bar{n}_\phi}{\bar{n} - \bar{n}_\phi} \cdot u(n_\phi) \right)^2 + u(m)^2 + u(\eta)^2 + (\ln(2) \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}} \cdot u(T_{1/2}))^2} \quad (51)$$

где $u(\bar{A}_{уд})$ – относительная стандартная неопределённость определения взвешенного среднего, равная

$$u(\bar{A}_{уд}) = \frac{1}{\sqrt{\sum_{j=1}^q p_j}} \quad (52)$$

$u(n_\phi)$ – относительная стандартная неопределённость измерений скорости счёта импульсов фона, равная максимальному значению из $u_{\text{ср.арифм.}}(n_\phi)$ и $u_{\text{Пуассон}}(n_\phi)$.

\bar{n} – взвешенная средняя скорость счёта импульсов от счётных образцов, определяемая по формуле

$$\bar{n} = \frac{\sum_{j=1}^q (p_j \cdot \bar{n}_j)}{\sum_{j=1}^q p_j} \quad (53)$$

$u(m)$ – относительная стандартная неопределённость взвешивания массы раствора q счётных образцов, определяемая по формуле

$$u(m) = \frac{\sqrt{2} \cdot \Delta m}{\sqrt{3} \cdot \sum_{j=1}^q m_j} \quad (54)$$

где Δm – основная погрешность весов, г;

m_j – масса раствора в j -ом счётном образце, г.

Бюджет неопределённости измерений удельной активности радионуклидов в диапазоне значений от $2 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^6$ Бк/г представлен в таблице 32.

Таблица 32 – Бюджет неопределённости измерений удельной активности радионуклидов

Величина	Относительная стандартная неопределённость		Тип оценивания	Коэффициент чувствительности	Вклад в суммарную стандартную неопределённость, %
	обозначение	значение, %			
Скорость счёта импульсов от счётного образца	$u(\bar{A}_{уд})$	от 0,02 до 0,30	A	$\frac{\bar{n}}{\bar{n} - \bar{n}_\phi}$	от 0,02 до 1,5
Скорость счёта импульсов фона	$u(n_\phi)$	не более 0,4	A	$\frac{\bar{n}_\phi}{\bar{n} - \bar{n}_\phi}$	от 0,01 до 1,5
Чувствительность установки, рассчитанная методом Монте-Карло	$u(\eta)$	от 0,4 до 1,4	B	1	от 0,4 до 1,4
Масса	$u(m)$	от 0,01 до 0,30	B	1	от 0,01 до 0,30
Период полураспада	$u(T_{1/2})$	не более 0,1	B	$\ln 2 \cdot \frac{\Delta t}{T_{1/2}}$	от 0,001 до 0,25
Относительная суммарная стандартная неопределённость					от 0,4 до 2,5
Относительная расширенная неопределённость с коэффициентом охвата $k=2$					от 0,8 до 5

Сопоставление результатов измерений разными методами и через международные ключевые сличения через измерение удельной активности ^{60}Co , ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am в растворе и активности ^{54}Mn и ^{88}Y в радионуклидных источниках согласно разработанной схемы и с применением разработанной методики измерений активности радионуклидов методом 4 π -счёта представлено ниже.

4.2 Международных ключевые сличения по удельной активности ^{60}Co в растворе и сличения установок из состава ГЭТ 6-2016, реализующих абсолютные методы измерения активности радионуклидов 4 π -счёта и 4 π β - γ -совпадений

Участие в ключевых сличениях подтверждает степень эквивалентности национального эталона (степень, с которой эти эталоны согласуются с опорными значениями, определёнными в ходе ключевых сличений, и, следовательно, согласуются друг с другом). При этом степень эквивалентности национального измерительного эталона выражается количественно в значениях его отклонения от опорного значения, полученного в ключевых сличениях, и неопределённости этого отклонения.

В области измерения активности радионуклидов для ключевых сличений используется только одна физическая величина – удельная активность радионуклида в растворе.

Ключевые сличения по измерению удельной активности радионуклидов классифицируются на:

- многосторонние, при которых ампулы с раствором радионуклида рассылаются всем участникам сличений одновременно;
- индивидуальные сличения национальных метрологических лабораторий с лабораторией ВРМ (система SIR).

Международная референтная система измерения активности радионуклидов (Syst`eme International de R`ef`erence – SIR) основана в 1976 году как база для расширения возможностей проведения международных сличений и находится в ВРМ [74] и представляет из себя ионизационные камеры, заполненные азотом при давлении 2,0 МПа, с определёнными в результате ключевых сличений коэффициентами для 72 гамма-излучающих радионуклидов, рисунок 40.



Рисунок 40 – Оборудование международной референтной системы измерения активности радионуклидов (SIR)

В качестве объекта измерения используются герметизируемые пламенем ампулы, непосредственно наполненные аликвотой радиоактивного раствора участвующей лабораторией с тем, чтобы не нужно было в дальнейшем производить какую-либо конкретную обработку в ВІРМ, что делает систему SIR эффективной и простой в использовании.

Когда лаборатория радионуклидной метрологии выполняет эталонные измерения раствора конкретного гамма-излучающего радионуклида и сличает свои результаты с результатами, полученными ранее другими национальными лабораториями, наилучшим способом сделать это можно, представив ампулу с таким же раствором в SIR. От лаборатории требуется заполнить одну или несколько стеклянных ампул колодезного типа, поставляемых ВІРМ, аликвотами примерно 3,6 г, взятыми из эталонного раствора. Ампулы герметизируются пламенем и посылаются в ВІРМ.

Поскольку первоначальной целью SIR было создание системы для обеспечения быстрого получения результатов измерения активности, её конструкция не была рассчитана на абсолютные определения активности, совершавшиеся в ВІРМ при каждом представлении ампулы с раствором, что могло бы отнимать слишком много времени. Относительные измерения являются более удобным способом достижения предложенной цели при условии, что используется достаточно стабильный эталон, позволяющий проводить сличение.

Фактически, роль эталона отдана пяти радиевым источникам ($T_{1/2} = 1600$ лет, $\mu = 7$ лет [75]), и таким образом сличения в SIR были сведены к сличениям между двумя аналогичными токами ионизации, одного, производимого в камере ампулой, представленной национальным метрологическим институтом (далее – НМИ), и другого, индуцируемого одним из пяти радиевых источников. Следовательно, важной особенностью SIR является использование пяти эталонных источников из ^{226}Ra . Эти источники сделаны из сульфата радия, помещённого в герметичные цилиндры с двойными стенками, которые изготовлены из платиноиридиевого сплава и имеют идентичные геометрические размеры [76].

Учитывая, что ток, созданный в ионизационной камере, пропорционален активности радионуклидного источника, помещённого в неё, и при условии, что активность представленного радионуклида известна, можно определить так называемую эквивалентную активность радионуклида как ту активность, которая создаст в ионизационной камере ток, равный току, производимому радиевым источником с проведённой активностью. Эквивалентная активность, A_e , выражается следующей формулой [74]

$$\frac{A_e e^{-\lambda_{\text{Ra}}(t_m - t_0)}}{A_s e^{-\lambda_s(t_m - t_r)}} = \frac{F_j(I_{\text{Ra}} - I_f)}{(I_s - I_f)}, \quad (55)$$

где A_s – активность радионуклида в представленном НМИ образце, Бк;

λ_{Ra} – постоянная распада ^{226}Ra , с^{-1} ;

λ_s – постоянная распада радионуклида в представленном НМИ образце, с^{-1} ;

t_m – дата измерения;

t_r – референтная дата для представленного НМИ образца;

t_0 – референтная дата для эталонного источника из ^{226}Ra ;

I_{Ra} – ток, создаваемый эталонным источником из ^{226}Ra , А;

I_s – ток, создаваемый представленным НМИ образцом, А;

I_f – фоновый ток ионизационной камеры, А;

F_j – нормализующий коэффициент для преобразования измеренного тока, полученного с помощью источника из ^{226}Ra , используемого для сравнения с током образца НМИ, в ток, который был бы получен с помощью источника радия с наибольшей активностью.

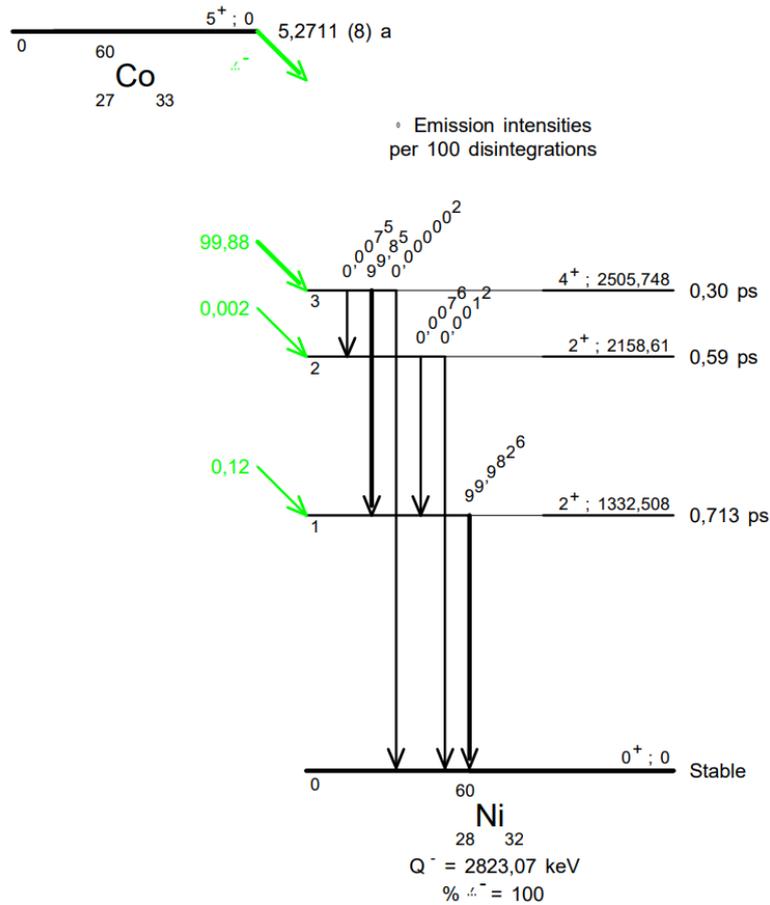
SIR, со времени подписания CIPM MRA, используется не только для сличения измерительных возможностей национальных лабораторий, но и является инструментом оценки опорных значений и степеней эквивалентности эталонов лабораторий.

В соответствии с [77] государственные первичные эталоны единиц величин подлежат сличению с эталонами единиц величин Международного бюро мер и весов и национальными эталонами единиц величин иностранных государств.

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в рамках CIPM MRA идентифицируется как лаборатория первичных эталонов Российской Федерации по измерению активности радионуклидов. Результаты ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в ключевых сличениях Консультативного Комитета по ионизирующим излучениям (Comité Consultatif pour les Rayonnements Ionisants – CCRI), наряду с результатами других лабораторий первичных эталонов используются для определения опорного значения ключевых сличений [78].

Измерение удельной активности раствора ^{60}Co

^{60}Co один из основных радионуклидов, применяемых для калибровки гамма-спектрометров. Схема распада ^{60}Co [58] представлена на рисунке 41.

Рисунок 41 – Схема распада ^{60}Co

Для измерения на установках из состава ГЭТ 6-2016 удельной активности радионуклида ^{60}Co были изготовлены счётные образцы, представляющие тонкие целлулоидные плёнки-подложки покрытые золотом, на которые нанесён раствор радионуклида, рисунок 42. Двусторонняя металлизация плёнок-подложек необходима для обеспечения их электропроводности, поскольку они являются частью катода счётчика и участвуют в создании ускоряющего поля между нитью (анодом) и катодом счётчика в создании газового разряда и сборе ионов.

Металлизация проведена золотом из-за отсутствия у золота вторичных электронов в газовом разряде и высокой устойчивости к подкисленным ($N=0,5$) растворам радионуклидов. Для металлизации применена вакуумная установка.

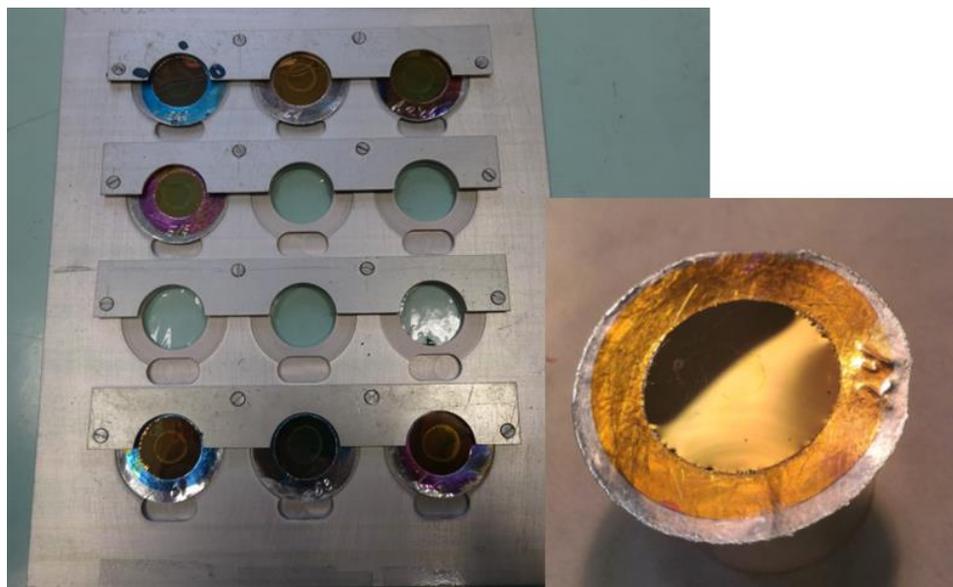


Рисунок 42 – Целлулоидные плёнки с нанесённым радионуклидом ^{60}Co

Измерения производились на установке УЭА-3 из состава ГЭТ 6-2016, предназначенной для воспроизведения единицы активности радионуклидов методом $4\pi\beta\text{-}\gamma$ -совпадений, используемый для измерений активности бета-гамма излучающих радионуклидов в источниках, при котором для регистрации бета-частиц применяют газоразрядный или сцинтилляционный 4π -счётчик [79].

В состав установки УЭА-3 входят: сцинтилляционный детектор гамма-излучения, пропорциональный счётчик с газовой ($\text{Ar}+\text{CH}_4$) системой, фоновая защита, измерительный канал. Внешний вид детекторов установки представлен на рисунке 43.

Сцинтилляционный детектор фотонов представляет собой сборку из кристалла LaBr_3 и фотоэлектронного умножителя с делителем напряжения. В непосредственной близости от детектора установлен предусилитель. Для снижения фона сцинтилляционный детектор помещён в фоновую защиту из свинца.

Пропорциональный счётчик изготовлен в виде газонаполняемой ячейки с нитями. Конструкция ячейки позволяет измерять альфа- и бета-излучение в геометрии 4π с высокой эффективностью. Одна из стенок счётчика имеет окно для установки сцинтилляционного детектора. При измерении источник на тонкой металлизированной плёнке помещается в пропорциональный счётчик таким образом, что двумя детекторами регистрируются одновременно альфа-, бета-частицы и фотоны, испускаемые источником.



Рисунок 43 – Детекторы установки УЭА-3

Бюджет неопределённости измерений удельной активности ^{60}Co на установке УЭА-3 представлен в таблице 33.

Таблица 33 – Бюджет неопределённости измерений удельной активности ^{60}Co

Источник неопределённости	Вклад, %
Статистика счёта импульсов	0,051
Фон	0,020
Взвешивание	0,017
Мёртвое время	0,0005
Разрешающее время	0,003
Примеси	0,01
Экстраполяция кривой эффективности	0,060
Суммарная стандартная неопределённость (корень из суммы квадратов всех составляющих)	0,084
Расширенная неопределённость U с коэффициентом охвата $k=2$	0,17

Раствор радионуклида ^{60}Co был помещён в стеклянную запаянную ампулу (рисунок 44), полученную в ВРМ для участия в ключевых сличениях.



Рисунок 44 – Подготовленная к отправке ампула с ^{60}Co

Удельная активность ^{60}Co в ампуле $4,229 \cdot 10^5$ Бк/г на 01.04.2018, масса раствора 3,59767 г. Ампула с раствором была отправлена в ВІРМ для участия в ключевых сличениях ВІРМ.RI(II)-К1.Со-60.

Результаты сличений

С 1976 года 29 лабораторий представили 73 образца ^{60}Co в SIR для ключевых сличений, идентифицируемых ВІРМ.RI(II)-К1.Со-60 [80]. Перечень участников сличений, используемые методы измерений активности ^{60}Co и результаты измерений представлены в таблице 34. Результаты сличений представлены на рисунке 33. Акронимы для идентификации методов измерения приведены в приложении Д.

Таблица 34 – Участники сличений, используемые методы и результаты измерений активности ^{60}Co

НМИ (лаборатория)	Метод (акроним)	Активность, кБк	Относительная стандартная неопределённость, 10^{-2}		Референтная дата гггг-мм-дд
			А	В	
AECL	4 $\pi\beta$ (PC)- γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1183,4	0,02	0,02	1980-02-05
		1189,3	0,02	0,02	
	4 $\pi\beta$ - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	2069,9	0,05	0,05	1993-10-01
ANSTO	4 $\pi\beta$ - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	1676	0,1	0,08	1992-04-08
ASMW	4 $\pi\beta$ (PC)- γ coincidence	1867,8	0,04	0,1	1976-06-15
	(4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1870,0	0,04	0,1	

Продолжение таблицы 34

НМИ (лаборатория)	Метод (акроним)	Активность, кБк	Относительная стандартная неопределённость, 10^{-2}		Референтная дата гггг-мм-дд
			А	В	
BARC	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	584,4	0,03	0,25	1981-06-01
	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	676,1	0,04	0,11	1994-05-01
	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	1072	0,6	0,3	2000-12-01
	4 π β (LS)- γ coincidence (4P- LS-BP-NA-GR-CO)	1560	0,29	0,36	2011-03-15
BEV	Ionization chamber trace- able to the NPL (4P-IC- GR-00-00-00)	2980	0,07	0,58	1998-10-01
	Ionization chamber trace- able to the NPL (4P-IC- GR-00-00-00)	3081	0,08	0,22	2007-10-01
BIPM	4 π β (PC)- γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	2611,2	0,014	0,02	1973-06-06
BKFH	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	1345	0,02	0,32	1977-03-01
	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	1345	0,02	0,32	1979-12-01
	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	1490	0,1	0,26	1979-12-01
CIEMAT	4 π β (PC)- γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1808	0,03	0,25	1999-06-01
	CIEMAT/NIST (4P-LS- BP-00-00-CN)	364,8	0,11	0,1	1999-10-05
CMI-IIR	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	37 680	0,05	0,8	1977-02-23
	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	4190	0,1	0,3	1978-02-09
CNEA	4 π β (PC)- γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	785,3	0,05	0,12	1992-01-01
	CIEMAT/NIST (4P-LS- BP-00-00-CN)	641,2	0,21		2002-10-31
	PPC coincidence (4P-PP- BP-NA-GR-CO)	175,5	0,38	0,37	2010-06-27
ENEА- INMRI	4 π β (PC)- γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	174,1	0,32	0,33	2010-07-12
	TDCR (4P-LS-BP-00-00- TD)	1053	0,2	0,3	1990-12-01
IAEA	4 π β - γ coincidence and anti- coincidence (4P-??-BP-??- GR-CO, 4P-??-BP-??-GR- AC)	1770	0,07	0,13	1977-04-01
	4 π β - γ coincidence (4P-PC- BP-NA-GR-CO)	3600	0,1	0,3	1978-02-09

Продолжение таблицы 34

НМИ (лаборатория)	Метод (акроним)	Активность, кБк	Относительная стандартная неопределённость, 10 ⁻²		Референтная дата гггг-мм-дд
			А	В	
IFIN-НН	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1444 1424	0,05 0,05	0,09 0,09	1983-09-01
	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	2149	0,08	0,32	2006-10-06
IRA- METAS	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	3007 2982	0,02 0,02	0,1 0,1	1979-05-01
	Ionization chamber calibrated in 1979 by 4πβ-γ coincidence (4P-IC-GR-00-00-00)	2518	0,014	0,1	2000-12-01
JRC	4π(PC)-NaI well digital coincidence (4P-PP-BP- NA-GR-CO)	1412	0,17	0,16	2004-05-01
KRISS	4πβ-γ coincidence (4P-PP- BP-NA-GR-CO)	511,6	0,3		1994-10-01
LNE- LNHB	4πβ-γ coincidence (4P-PC-BP-GL-GR-CO)	3303,3 3296,3	0,02 0,02	0,04 0,04	1978-06-15
	4πβ-γ(Ge(Li) coincidence) (4P-PC-BP-GL-GR-CO)	1777,5 1781,2	0,03 0,03	0,05 0,05	1986-07-11
	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	2838,9	0,05		1999-06-01
	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	189,4 193,8	0,14 0,14	0,04 0,04	1976-06-28
LNMRI-IRD	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	327,8 334,5	0,04 0,04	0,08 0,08	1984-10-17
	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1746,2 1746,4	0,05 0,05	0,2 0,2	1978-08-31
NIM	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1049,4	0,21	0,15	2014-06-07
	4πβ-γ coincidence and anti- coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO, 4P-PC-BP-NA-GR-AC)	2038	0,06	0,15	1980-05-30
NIST	Ionization chamber (4P-IC-GR-00-00-00)	1402	0,03	0,23	1997-01-01
	4πβ-γ anti-coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-AC)	183	0,03	0,18	2007-01-01
	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1848 1859	0,03 0,03	0,21 0,21	1976-11-01
NMIJ	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1435,7	0,05	0,09	2004-02-01
	4πβ(LS)-γ coincidence (4P-LS-BP-NA-GR-CO)	4659 5329	0,05 0,05	0,18 0,18	1981-06-19
NMISA	4πβ(LS)-γ coincidence (4P-LS-BP-NA-GR-CO) ^g	7066 20 525	0,014 0,014	0,133 0,133	1992-09-10
	4πβ(LS)-γ coincidence (4P-LS-BP-NA-GR-CO) ^g	214	0,02	0,2 ^x	2002-03-28
	4πβ(LS)-γ coincidence (4P-LS-BP-NA-GR-CO)				
	4πβ(LS)-γ coincidence (4P-LS-BP-NA-GR-CO) ^g				

Продолжение таблицы 34

НМИ (лаборатория)	Метод (акроним)	Активность, кБк	Относительная стандартная неопределённость, 10 ⁻²		Референтная дата гггг-мм-дд
			А	В	
NPL	Ionization chamber calibrated by 4πβ(PC)-γ coincidence (4P-IC-GR-00-00-00)	667	0,03	1,02	1976-12-20
		644	0,03	1,02	
	4πβ(PPC)-γ digital coincidence counting (4P-PP-BP-NA-GR-CO)	2290	0,1	0,27	2000-02-01
NRC	4πβ(PP)-γ anti-coincidence (4P-PP-BP-NA-GR-AC)	298,15	0,03	0,1	2011-11-09
POLATOM	4πβ(LS)-γ coincidence and anti-coincidence (4P-LS-BP-NA-GR-CO, 4P-LS-BP-NA-GR-AC)	177,4	0,27	0,5	2003-04-03
PTB	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	3222,6	0,02	0,07	1977-01-01
		3176,0	0,02	0,07	
	Ionization chamber calibrated by 4πβ(PC)-γ coincidence (4P-IC-GR-00-00-00)	100 020	0,02	0,07	1987-09-01
		18 272	0,02	0,06	
		2036	0,03	0,09	
Ionization chamber calibrated by 4πβ-γ coincidence (4P-IC-GR-00-00-00)	13 760	0,03	0,22	2001-01-01	
4πPC-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO) 4πLS-γ coincidence (4P-LS-BP-NA-GR-CO) СИМАТ/NIST (4P-LS-MX-00-00-CN) TDCR (4P-LS-MX-00-00-TD)	2068,7	0,05	0,2	2016-01-01	
PTKMR	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1014	0,4		1984-06-01
		1019	0,4		
ТАЕК	Ionisation chamber calibrated at the PTB in 2012 (4P-IC-GR-00-00-00)	888,7	0,49	1,16	2016-04-01
VNIIM	4πβ(PC)-γ coincidence (4P-PC-BP-NA-GR-CO)	1521,4	0,065	0,052	2018-04-01

Результаты ключевых сличений в области радионуклидной метрологии оцениваются через степень эквивалентности эталона, в которой этот эталон соответствует ключевому опорному значению (key comparison reference value – *KCRV*) [81]. Степень эквивалентности выражается количественно в виде отклонения от ключевого опорного значения и расширенной неопределённости этого отклонения ($k = 2$).

Степень эквивалентности результата конкретного НМИ, i , с ключевым опорным значением сравнения выражается как разница D_i между значениями [81]

$$D_i = A_{ei} - KCRV, \quad (56)$$

где A_{ei} – эквивалентная SIR активность радионуклида в образце, представленном НМИ, кБк.

Расширенная неопределённость ($k=2$) этого различия, U_i , называемая неопределённостью эквивалентности

$$U_i = 2u(D_i), \quad (57)$$

Если результат НМИ i включается в $KCRV$ с весом w_i [82], тогда

$$u^2(D_i) = (1 - 2w_i)u_i^2 + u^2(KCRV), \quad (58)$$

Если результат НМИ i не включён в $KCRV$, то

$$u^2(D_i) = u_i^2 + u^2(KCRV), \quad (59)$$

Графическое представление частично указывает на степень эквивалентности между НМИ. Официальные результаты в рамках СИПМ МРА доступны в базе данных KCDB (the BIPM key comparison database).

Степени эквивалентности национальным метрологическими институтами для ключевых сличений BIPM.RI(II)-K1.Co-60 представлены в таблице 35. В таблице представлены валидные результаты, то есть те которые не старше 20 лет.

Таблица 35 – Степени эквивалентности для BIPM.RI(II)-K1.Co-60

НМИ, i	D_i , кБк	U_i , кБк
IRA (Швейцария)	-26	17
NMISA (Южная Африка)	35	32
POLATOM (Польша)	-23	80
NVIJ (Япония)	-13	16
JRC (Европейский Союз)	-24	34
IFIN-НН (Румыния)	38	48
NIST (США)	20	28
BEV (Австрия)	-6	34
CNEA (Аргентина)	7	52
BARC (Индия)	121	66

Продолжение таблицы 35

НМИ, i	D_i , кБк	U_i , кБк
NRC (Канада)	2	18
NIM (Китай)	-11	38
PTB (Германия)	-6	30
ТАЕК (Турция)	-20	180
VNIIM (Россия)	-1	14

Графическое представление результатов ключевых сличений ВІРМ.RI(II)-K1.Co-60 представлено на рисунке 45.

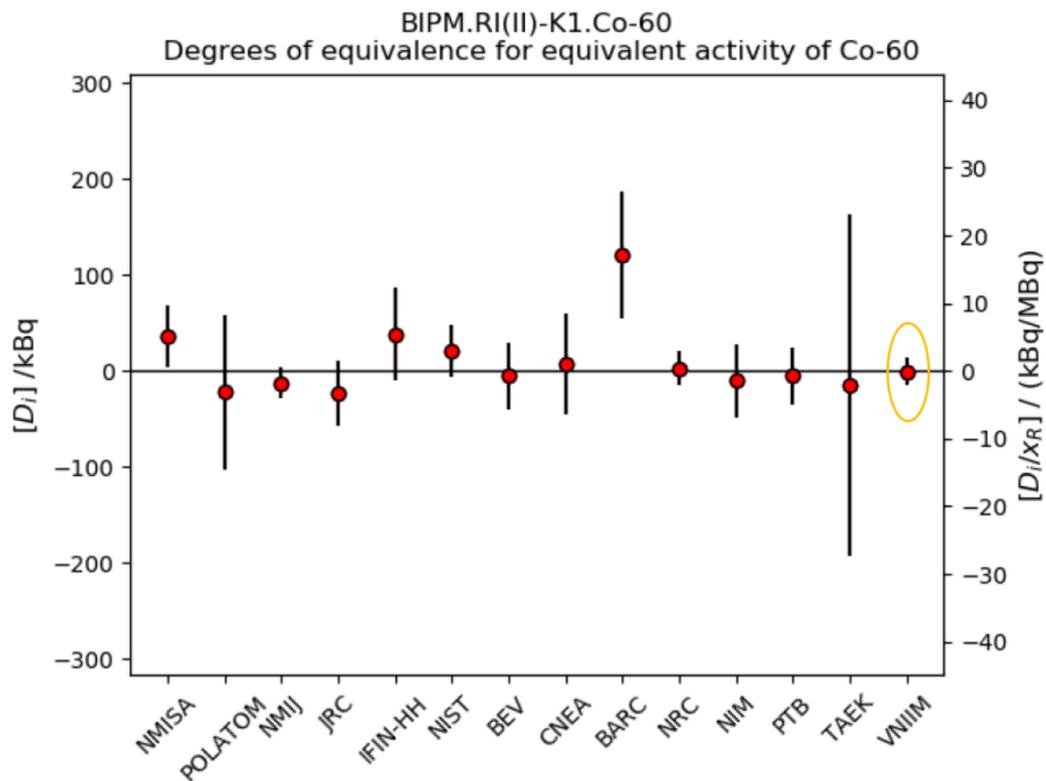


Рисунок 45 – Результаты ключевых сличений ВІРМ.RI(II)-K1.Co-60

Из данных таблицы 35 и рисунка 45 видно, что степень эквивалентности ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», то есть отклонение от ключевого опорного значения, и расширенная неопределённость этого отклонения ($k = 2$) минимальны из представленных результатов ключевых сличений, что подтверждает измерительные возможности ГЭТ 6-2016 и высокий уровень компетентности.

Сопоставление результатов измерений удельной активности радионуклидов методами 4 π -счёта и 4 π β - γ -совпадений.

Сопоставление результатов измерений удельной активности радионуклидов методами 4 π -счёта и 4 π β - γ -совпадений проводилось сличением результатов измерений удельной

активности ^{60}Co на установке УЭА-7 методом $4\pi\gamma$ -счёта и на установке УЭА-3 методом $4\pi\beta$ - γ -совпадений. Раствор радионуклида, измеренный на установке УЭА-3 для участия в ключевых международных сличениях, был измерен на установке УЭА-7. Результаты сличений установок из состава ГЭТ 6-2016 представлены в таблице 36.

Таблица 36 – Результаты сличений измерений удельной активности ^{60}Co методами $4\pi\gamma$ -счёта и $4\pi\beta$ - γ -совпадений

Радионуклид	УЭА-3, $4\pi\beta$ - γ -совпадений		УЭА-7, $4\pi\gamma$ -счёт		Отличие, %
	Результат измерений, Бк/г	Расширенная неопределённость ($k=2$), %	Результат измерений, Бк/г	Расширенная неопределённость ($k=2$), %	
	УЭА-3, $4\pi\beta$ - γ -совпадений		УЭА-7, $4\pi\gamma$ -счёт		
^{60}Co	$4,229 \cdot 10^5$	0,17	$4,22 \cdot 10^5$	0,9	0,21

Сопоставление результатов измерений удельной активности ^{60}Co методами $4\pi\gamma$ -счёта и $4\pi\beta$ - γ -совпадений, определено с помощью критерия E_n по формуле [83]

$$E_n = \frac{|A_{\text{УЭА-3}} - A_{\text{УЭА-7}}|}{\sqrt{(\tilde{U}_{\text{УЭА-3}})^2 + (\tilde{U}_{\text{УЭА-7}})^2}} \leq 1, \quad (60)$$

где $A_{\text{УЭА-3}}$ – удельная активность ^{60}Co , полученная при измерении методом $4\pi\beta$ - γ -совпадений на установке УЭА-3, Бк/г;

$A_{\text{УЭА-7}}$ – удельная активность ^{60}Co , полученная при измерении методом $4\pi\gamma$ -счёта на установке УЭА-7, Бк/г;

$\tilde{U}_{\text{УЭА-3}}$ – расширенная ($k=2$) неопределённость измерений удельной активности ^{60}Co на установке УЭА-3, Бк/г, рассчитанная по формуле

$$\tilde{U}_{\text{УЭА-3}} = 0,01 \cdot A_{\text{УЭА-3}} \cdot U_{\text{УЭА-3}}, \quad (61)$$

$\tilde{U}_{\text{УЭА-7}}$ – расширенная ($k=2$) неопределённость измерений удельной активности ^{60}Co на установке УЭА-7, Бк/г, рассчитанная по формуле

$$\tilde{U}_{\text{УЭА-7}} = 0,01 \cdot A_{\text{УЭА-7}} \cdot U_{\text{УЭА-7}}, \quad (62)$$

Рассчитанный критерий E_n составил

$$E_n = \frac{|4,229 \cdot 10^5 - 4,22 \cdot 10^5|}{\sqrt{(7,189 \cdot 10^2)^2 + (3,798 \cdot 10^3)^2}} = 0,23, \quad (63)$$

что значительно меньше 1 и означает хорошую сходимость результатов измерений методами $4\pi\gamma$ -счёта и $4\pi\beta$ - γ -совпадений.

4.3 Сличения установок из состава ГЭТ 6-2016, реализующих абсолютные методы измерения активности радионуклидов (4 π -счёта, 4 $\pi\beta$ - γ -совпадений, 4 $\pi\alpha$ - γ -совпадений, 4 $\pi\beta$ -счёта и КХ- γ -совпадений)

4.3.1 Сопоставление результатов измерений удельной активности радионуклидов методами 4 π -счёта, 4 $\pi\beta$ - γ -совпадений, 4 $\pi\alpha$ - γ -совпадений, 4 $\pi\beta$ -счёта

Сопоставление результатов измерений удельной активности радионуклидов методами 4 π -счёта, 4 $\pi\beta$ - γ -совпадений, 4 $\pi\alpha$ - γ -совпадений, 4 $\pi\beta$ -счёта проводилось сличением результатов измерений удельной активности радионуклидов на установке УЭА-7 методом 4 π -счёта и на установках из состава ГЭТ 6-2016, реализующих другие методы абсолютных измерений.

Измерения удельной активности ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am методами 4 $\pi\beta$ - γ -совпадений и 4 $\pi\alpha$ - γ -совпадений, основанных на счёте импульсов от двух детекторов в каждом канале отдельно и импульсов, совпадающих по времени, [8, 16, 79], осуществлялось на установке УЭА-3 из состава ГЭТ 6-2016. Измерительные возможности государственного первичного эталона в части применения методов 4 $\pi\beta$ - γ -совпадений и 4 $\pi\alpha$ - γ -совпадений подтверждены ключевыми сличениями ВРМ.РИ(II)-К1.Ва-133 [84] и ВРМ.РИ(II)-К1.Ам-241 [85].

Измерение удельной активности ^{137}Cs методом 4 $\pi\beta$ -счёта, заключающегося в измерении числа заряженных частиц, испускаемых радионуклидным источником на тонкой электропроводящей плёнке-подложке, помещённой внутрь чувствительного объёма пропорционального газоразрядного 4 π -счётчика [8, 16, 79], осуществлялось на установке УЭАП-1 из состава ГЭТ 6-2016. Измерительные возможности государственного первичного эталона в части применения метода 4 $\pi\beta$ -счёта подтверждены ключевыми сличениями ВРМ.РИ(II)-К1.Сs-137 [86].

Результаты сличений установок ГЭТ 6-2016 представлены в таблице 37.

Таблица 37 – Результаты сличений установок ГЭТ 6-2016

Радионуклид	Установка, метод		Установка, метод		Отличие, %	Критерий E_n
	Результат измерений, Бк/г	Расширенная неопределённость ($k=2$), %	Результат измерений, Бк/г	Расширенная неопределённость ($k=2$), %		
	УЭА-3, 4 $\pi\beta$ - γ -совпадений		УЭА-7, 4 π -счёт			
^{131}I	$1,05 \cdot 10^6$	0,5	$1,04 \cdot 10^6$	1,5	0,95	0,61
^{133}Ba	$3,34 \cdot 10^5$	0,6	$3,32 \cdot 10^5$	0,9	0,60	0,56
^{177}Lu	$3,11 \cdot 10^5$	0,5	$3,09 \cdot 10^5$	1,8	0,64	0,35
	УЭА-3, 4 $\pi\alpha$ - γ -совпадений		УЭА-7, 4 π -счёт			
^{241}Am	$5,16 \cdot 10^5$	0,4	$5,11 \cdot 10^5$	2,0	0,97	0,48
	УЭАП-1, 4 $\pi\beta$ -счёт		УЭА-7, 4 π -счёт			
^{137}Cs	$9,24 \cdot 10^4$	0,6	$9,23 \cdot 10^4$	1,5	0,11	0,07

Как видно из данных таблицы 37 результаты измерений удельных активностей ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am , ^{137}Cs методами $4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\alpha\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта согласованы – критерий E_n находится в диапазоне от 0,07 до 0,61, что ниже 1. Сопоставление результатов с помощью измерений удельных активностей ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am , ^{137}Cs разработанной в ходе диссертационного исследования методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта удовлетворительно.

4.3.2 Сопоставление результатов измерений активности ^{54}Mn , ^{88}Y методами $4\pi\gamma$ -счёта и КХ- γ -совпадений

Для сопоставления результатов измерений активности ^{54}Mn и ^{88}Y методами $4\pi\gamma$ -счёта и КХ- γ -совпадений использованы точечные радионуклидные источники ОСГИ-РТ зав. № 877 и № 887 (рисунок 46).



Рисунок 46 – Точечные радионуклидные источники ^{54}Mn и ^{88}Y

Измерения активности ^{54}Mn и ^{88}Y методом КХ- γ -совпадений, основанном на счёте импульсов от двух детекторов (КХ и гамма) в каждом канале отдельно и импульсов, совпадающих по времени, [8, 16, 79], осуществлялось на установке УЭА-3 из состава ГЭТ 6-2016. Измерительные возможности государственного первичного эталона в части применения метода КХ- γ -совпадений подтверждены ключевыми сличениями ССРИ(II)-К2.Mn-54 [87]. Результаты сопоставления результатов измерений активности ^{54}Mn , ^{88}Y методами $4\pi\gamma$ -счёта и КХ- γ -совпадений представлены в таблице 38.

Таблица 38 – Результаты сличений установок УЭА-3 и УЭА-7

Радионуклид	Установка, метод		Установка, метод		Отличие, %	Критерий E_n
	Результат измерений, Бк	Расширенная неопределённость ($k=2$), %	Результат измерений, Бк	Расширенная неопределённость ($k=2$), %		
	УЭА-3, КХ- γ -совпадений		УЭА-7, $4\pi\gamma$ -счёт			
^{54}Mn	$4,02 \cdot 10^4$	1,2	$3,98 \cdot 10^4$	1,5	1,0	0,52
^{88}Y	$8,01 \cdot 10^4$	1,2	$8,04 \cdot 10^4$	1,5	0,37	0,19

Как видно из данных таблицы 38, результаты измерений активности ^{54}Mn и ^{88}Y методами $4\pi\gamma$ -счёта и КХ- γ -совпадений согласованы – критерий E_n находится в диапазоне от 0,19 до 0,52, что ниже 1. Сопоставление результатов с помощью измерений активности ^{54}Mn и ^{88}Y разработанной в ходе диссертационного исследования методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта удовлетворительно.

4.4 Выводы к главе 4.

Разработанная и обоснованная схема доказательства эквивалентности воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta$ - γ -совпадений, $4\pi\alpha$ - γ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта, КХ- γ -совпадений реализована с помощью образцов удельной активности ^{60}Co , ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am и ^{137}Cs и активности ^{54}Mn и ^{88}Y .

Полученный результат измерения удельной активности раствора ^{60}Co с относительной расширенной ($k=2$) неопределённостью измерений 0,17 % на установке УЭА-3, реализующей метод $4\pi\beta$ - γ -совпадений, позволил провести доказательство эквивалентности воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта и $4\pi\beta$ - γ -совпадений с подтверждёнными в международных ключевых сличениях ВРМ.РI(II)-К1.Со-60 измерительными возможностями государственного первичного эталона ГЭТ 6-2016.

Проведённое сопоставление результатов воспроизведения активности и удельной активности методами $4\pi\gamma$ -счёта, методами $4\pi\beta$ - γ -совпадений, $4\pi\alpha$ - γ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта, КХ- γ -совпадений доказало эквивалентности воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов различными методами, реализуемыми в ГЭТ 6-2016.

ГЛАВА 5. Разработка вторичных эталонов - точечных радионуклидных источников фотонного излучения и исследование их метрологических характеристик

5.1 Обоснование и выбор радионуклидов для создания вторичного эталона - точечных радионуклидных источников фотонного излучения

Выбор радионуклидов для вторичных эталонов – точечных радионуклидных источников фотонного излучения типа ОСГИ-РТ обусловлен достаточными периодами полураспада для эксплуатации в течение нескольких лет, обеспечением перекрытия энергетического диапазона типовых гамма-спектрометров и высокой интенсивностью гамма-квантов, испускаемых на акт распада [56-63]. Перечень радионуклидов и их характеристики представлены в таблице 39.

Таблица 39 – Перечень радионуклидов с характеристиками

Радионуклид	Период полураспада	Энергия гамма-квантов, кэВ	Интенсивность (квантовый выход), %
⁵⁴ Mn	312,19 (3) сут.	834,848 (3)	99,9752 (5)
⁶⁰ Co	5,2711 (8) года	1173,228 (3)	99,85 (3)
		1332,492 (4)	99,9826 (6)
⁸⁸ Y	106,63 (5) сут.	898,042 (11)	93,7 (3)
		1836,070 (8)	99,346 (25)
¹³³ Ba	10,539 (6) года	79,6142 (19)	2,63 (19)
		80,9979 (11)	33,31 (30)
		276,3989 (12)	7,13 (6)
		302,8508 (5)	18,31 (11)
		356,0129 (7)	62,05 (19)
		383,8485 (12)	8,94 (6)
¹³⁷ Cs	30,05 (8) года	661,657 (3)	84,99 (20)
¹⁵² Eu	13,522 (16) года	121,7817 (3)	28,41 (13)
		244,6974 (8)	7,55 (4)
		344,2785 (12)	26,59 (12)
		411,1165 (12)	2,238 (10)
		443,965 (3)	2,80 (2)
		778,9045 (24)	12,97 (6)
		867,380 (3)	4,243 (23)
		964,079 (18)	14,50 (6)
		1085,837 (10)	10,13 (6)
		1112,076 (3)	13,41 (6)
²²⁸ Th+дочерние	1,9126 (9) года	1408,013 (3)	20,85 (8)
		238,632 (2)	43,6 (5)
		240,986 (6)	4,12 (4)
		300,089 (12)	3,18 (14)
		583,187 (2)	30,6 (8)
		727,330 (9)	6,65 (4)
		860,53 (2)	4,4 (4)
		1620,738 (10)	1,51 (3)
		2614,511 (10)	35,84 (16)

Продолжение таблицы 39

^{241}Am	432,6 (6) года	26,3446 (2) 59,5409 (1)	2,31 (8) 35,92 (17)
Примечание: число в скобках, являющееся суммарной стандартной неопределённостью u_c ($k = 1$), относится к соответствующим последним цифрам			

Радионуклидные источники с выбранными восемью радионуклидами ^{54}Mn , ^{60}Co , ^{88}Y , ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{152}Eu , ^{228}Th , ^{241}Am составляют приблизительно 70 % от всего количества выпускаемых точечных радионуклидных источников фотонного излучения [88, 89].

5.2 Испытания и определение метрологических характеристик вторичного эталона – точечных радионуклидных источников фотонного излучения типа ОСГИ-РТ в целях утверждения типа средств измерений

Разработанная на основании описанных выше исследований программа проведения испытаний в целях утверждения типа средства измерений соответствует [90] и распространяется на источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные ОСГИ-РТ, изготовленные АО «РИТВЕРЦ».

Программа испытаний содержит следующие разделы, позволяющие реализовать на практике разработанную методику измерений активности радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения методом $4\pi\gamma$ -счёта для определения метрологических характеристик вторичного эталона:

Общие положения: приводится назначение документа, краткое описание представленных на испытания радионуклидных источников ОСГИ-РТ.

Содержание и объём испытаний: содержит перечень контролируемых при испытаниях метрологических и технических характеристик источников ОСГИ-РТ, методы испытаний, а также перечень средств измерений и испытательного оборудования.

Условия проведения испытаний: регламентирует климатические условия и правила обеспечения радиационной безопасности.

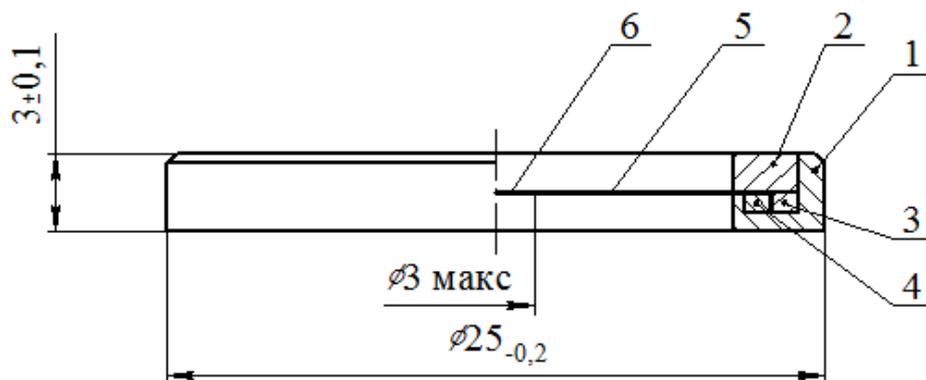
Методы испытаний: содержит подразделы

- проверка уровня нефиксированного радиоактивного загрязнения;
- проверка диапазона активности основного радионуклида в источнике и определение относительной погрешности воспроизведения активности;
- проверка прочности источников к внешним воздействующим факторам;
- проверка габаритных размеров;
- оценка полноты и правильности выражения метрологических и технических характеристик;

- опробование методики поверки;
- анализ конструкции средства измерений.

Оформление результатов испытаний: содержит требования к оформлению результатов испытаний.

Конструкция радионуклидного источника ОСГИ-РТ приведена на рисунке 47 [91]. Комплект ОСГИ-РТ, проходивший испытания в качестве вторичного эталона представлен на рисунке 48.



- 1 – корпус, 2 – кольцо, 3 – кольцо наружное, 4 – кольцо внутреннее,
5 – полиимидные плёнки, 6 – активная часть.

Рисунок 47 – Конструкция радионуклидного источника ОСГИ-РТ



Рисунок 48 – Комплект вторичных эталонов ОСГИ-РТ

Точечные радионуклидные источники фотонного излучения ОСГИ-РТ во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» прошли испытания в целях утверждения типа средств измерений, регистрационный номер в федеральном информационном фонде обеспечения единства измерений 74005-19, и применяются в качестве вторичных эталонов, рабочих эталонов 1 и 2 разряда – радионуклидных источников фотонного излучения. В таблице 40 представлены их метрологические и технические характеристики [92].

Таблица 40 – Метрологические и технические характеристики ОСГИ-РТ

Наименование характеристики	Значение
Диапазон энергий рентгеновского и гамма-излучений, кэВ	от 5,9 до 2 615
Диапазон номинальной активности радионуклида в источнике (эталонные 1 и 2 разряда), кБк: - ^{243}Am - ^{207}Bi , ^{228}Th - ^{44}Ti , ^{134}Cs , ^{241}Am - ^{60}Co , ^{113}Sn , ^{153}Gd - ^{22}Na , ^{54}Mn , ^{55}Fe , ^{57}Co , ^{65}Zn , ^{88}Y , ^{109}Cd , ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{139}Ce , ^{152}Eu - $^{88}\text{Y}+^{133}\text{Ba}+^{152}\text{Eu}+^{241}\text{Am}$	от 1 до 50 от 1 до 100 от 1 до 300 от 1 до 500 от 1 до 1 000 370+37+37+37
Диапазон номинальной активности радионуклида в источнике (вторичные эталоны), кБк: - ^{228}Th - ^{54}Mn , ^{60}Co , ^{88}Y , ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{152}Eu , ^{241}Am	от 1 до 50 от 1 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности воспроизведения активности, %: - рабочих эталонов 1 разряда - рабочих эталонов 2 разряда - рабочего средства измерений	± 4 ± 6 ± 10
Относительное суммарное СКО активности для источников в ранге вторичного эталона, %, не более	$\pm 1,5$
Назначенный срок службы источников с даты изготовления, лет: - на основе радионуклидов ^{228}Th , ^{241}Am , ^{243}Am с активностью менее 10 кБк с активностью более 10 кБк - на основе радионуклидов ^{88}Y , ^{113}Sn , ^{139}Ce - на основе радионуклидов ^{54}Mn , ^{57}Co , ^{65}Zn , ^{109}Cd , ^{153}Gd - на основе радионуклидов ^{22}Na , ^{55}Fe , ^{134}Cs - на основе радионуклидов ^{44}Ti , ^{60}Co , ^{137}Cs , ^{133}Ba , ^{152}Eu , ^{207}Bi	5 3 4 5 10 12
Габаритные размеры радионуклидных источников, мм, не более: - диаметр - толщина	25 3

Поверка радионуклидных источников ОСГИ-РТ осуществляется по документу МП 2101-004-2018 «ГСИ. Источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные ОСГИ-РТ. Методика поверки».

Разработанные и прошедшие испытания с целью утверждения типа радионуклидные источники фотонного излучения позволяют заполнить поле вторичных эталонов государственной поверочной схемы [22] и реализовать передачу единицы активности радионуклидов от ГЭТ 6-2016 рабочим эталонам по ветви, не используемой ранее, что упрощает и удешевляет процедуру их поверки.

5.3 Бюджет неопределённости при передаче единицы активности радионуклида от вторичного эталона рабочему эталону 1 разряда

Метод передачи единицы активности, основанный на сличении при помощи компаратора удобен для передачи единицы активности радионуклидов от вторичного эталона эталонам 1-го разряда [88]. Уравнение передачи единицы активности радионуклида сличением при помощи компаратора (спектрометра гамма-излучения)

$$A_{и} = A_0 \cdot \frac{1}{q} \cdot \sum_{i=1}^q \frac{n_{иi} - n_{\phi i}}{n_{0i} - n_{\phi i}} \cdot 2^{\frac{\Delta t}{T_{1/2}}}, \quad (64)$$

где A_0 – активность эталонного источника, Бк;

$T_{1/2}$ – период полураспада измеряемого радионуклида, сут.;

Δt – промежуток времени между датой измерения и датой, на которую рассчитывается активность радионуклида, сут.;

q – количество проведённых измерений;

$n_{иi}$ – скорость счёта импульсов от поверяемого радионуклидного источника i -го измерения, c^{-1} ;

n_{0i} – скорость счёта импульсов от эталонного радионуклидного источника i -го измерения, c^{-1} ;

$n_{\phi i}$ – фоновая скорость счёта импульсов i -го измерения, c^{-1} .

Суммарная стандартная неопределённость активности радионуклида в источнике в относительной форме для уравнения измерений (64) рассчитывается по формуле [65]:

$$u(A) = \sqrt{\left(\frac{\bar{n}_0}{\bar{n}_0 - \bar{n}_\phi} \cdot u(n_0)\right)^2 + \left(\frac{\bar{n}_и}{\bar{n}_и - \bar{n}_\phi} \cdot u(n_и)\right)^2 + \left(\frac{(\bar{n}_0 - \bar{n}_и) \cdot \bar{n}_\phi}{(\bar{n}_0 - \bar{n}_\phi) \cdot (\bar{n}_и - \bar{n}_\phi)} \cdot u(n_\phi)\right)^2 + (\ln(2) \cdot \frac{t}{T_{1/2}} \cdot u(T_{1/2}))^2 + u^2(A_0)} \quad (65)$$

В таблице 41 приведён бюджет неопределённости передачи единицы активности радионуклида от вторичного эталона ОСГИ-РТ рабочему эталону 1-го разряда.

Таблица 41 – Бюджет неопределённости

Источник неопределённости	Вклад с суммарную стандартную неопределённость, %
Скорость счёта импульсов от вторичного эталона единицы активности радионуклидов	0,10 - 0,50
Скорость счёта импульсов от радионуклидного источника	0,10 - 0,50
Фоновая скорость счёта импульсов	0,01 - 0,10
Период полураспада	0,0005 - 0,25
Активности радионуклида во вторичном эталоне	0,4 – 0,9
Относительная суммарная стандартная неопределённость	0,42 - 1,18
Относительная расширенная неопределённость для $k = 2$	0,9 - 2,4

Пример построения бюджета неопределённости при передаче единицы активности радионуклидов от вторичного эталона ОСГИ-РТ радионуклидному источнику ОСГИ – рабочему эталону 1 разряда при помощи компаратора показывает, что созданный вторичный эталон позволяет осуществлять поверку источников гамма-излучения типов ОСГИ-3, ОСГИ-А, ОСГИ-Р, ИМН-Г-1 и ОСГИ-РТ в ранге рабочих эталонов 1 разряда с доверительными ($P=0,95$) границами относительной погрешности не более 3 % в соответствии с государственной поверочной схемой.

5.4 Внедрение вторичных эталонов ОСГИ-РТ для повышения точности калибровки гамма-спектрометров и обеспечения единства измерений путём передачи единицы активности радионуклидов нижестоящим эталонам по поверочной схеме от ГЭТ 6-2016

По результатам проведённой работы по созданию вторичных эталонов – радионуклидных источников ОСГИ-РТ и внесению их реестр СИ создан новый парк вторичных эталонов – радионуклидных источников фотонного излучения, обеспечивающих поле вторичных эталонов для источников фотонного излучения государственной поверочной схемы с прослеживаемостью к ГЭТ 6-2016. Перечень вторичных эталонов ОСГИ-РТ, используемых в метрологической практике по состоянию на 01.10.2024, приведён в таблице 42.

Таблица 42 – Перечень вторичных эталонов ОСГИ-РТ

Номер п/п	Радионуклид	Заводской номер	Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ (свидетельство о поверке)
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»			
1	Mn-54	877 08.2018	74005.19.ВЭ.00152471
2	Co-60	882 08.2018	74005.19.ВЭ.00152476
3	Y-88	887 08.2018	74005.19.ВЭ.00152477
4	Ba-133	892 08.2018	74005.19.ВЭ.00152484
5	Cs-137	897 08.2018	74005.19.ВЭ.00152485
6	Eu-152	902 08.2018	74005.19.ВЭ.00152487
7	Th-228	907 08.2018	74005.19.ВЭ.00152489
8	Am-241	912 08.2018	74005.19.ВЭ.00152491
АО «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина», Санкт-Петербург			
9	Mn-54	1122 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2548-2019 от 25.11.2019
10	Co-60	1127 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2549-2019 от 25.11.2019
11	Y-88	1132 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2550-2019 от 25.11.2019
12	Ba-133	1137 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2551-2019 от 25.11.2019
13	Cs-137	1142 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2552-2019 от 25.11.2019

Продолжение таблицы 42

Номер п/п	Радионуклид	Заводской номер	Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ (свидетельство о поверке)
14	Eu-152	1147 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2553-2019 от 25.11.2019
15	Th-228	1152 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2554-2019 от 25.11.2019
16	Am-241	1157 10.2018	Свидетельство о поверке № 210/2555-2019 от 25.11.2019
ФГУП «ВНИИФТРИ»			
17	Mn-54	457.2021	74005.19.ВЭ.00376092
18	Co-60	458.2021	74005.19.ВЭ.00376091
19	Y-88	459.2021	74005.19.ВЭ.00376090
20	Y-88	619.2023	74005.19.ВЭ.01002013
21	Ba-133	460.2021	74005.19.ВЭ.00376089
22	Cs-137	461.2021	74005.19.ВЭ.00376088
23	Eu-152	462.2021	74005.19.ВЭ.00376087
24	Th-228	463.2021	74005.19.ВЭ.00376086
25	Am-241	464.2021	74005.19.ВЭ.00376085
АО «НИИП», г. Лыткарино Московской области			
26	Co-60	686.2021	74005.19.ВЭ.00425510
27	Ba-133	687.2021	74005.19.ВЭ.00425515
28	Cs-137	691.2021	74005.19.ВЭ.00425512
29	Eu-152	688.2021	74005.19.ВЭ.00425514
30	Th-228	690.2021	74005.19.ВЭ.00425513
31	Am-241	692.2021	74005.19.ВЭ.00425511
ООО НПО «Спектр», Москва			
32	Co-60	928.2021	74005.19.ВЭ.00487445
33	Ba-133	929.2021	74005.19.ВЭ.00487449
34	Cs-137	930.2021	74005.19.ВЭ.00487448
35	Eu-152	931.2021	74005.19.ВЭ.00487447
36	Am-241	932.2021	74005.19.ВЭ.00487446
ООО НПП «Изотоп», Москва			
37	Am-241	634.2022	74005.19.ВЭ.00756035
38	Th-228	633.2022	74005.19.ВЭ.00756036
ОИЯИ, г. Дубна Московской области			
39	Co-60	154.2023	74005.19.ВЭ.00860466
40	Ba-133	155.2023	74005.19.ВЭ.00860471
41	Cs-137	156.2023	74005.19.ВЭ.00860470
42	Eu-152	157.2023	74005.19.ВЭ.00860469

Продолжение таблицы 42

Номер п/п	Радионуклид	Заводской номер	Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ (свидетельство о поверке)
43	Th-228	158.2023	74005.19.ВЭ.00860468
44	Am-241	159.2023	74005.19.ВЭ.00860467
ООО ИЦ МИТ, г. Волгодонск Ростовской области			
45	Mn-54	169.2023	74005.19.ВЭ.00863788
46	Co-60	170.2023	74005.19.ВЭ.00863795
47	Y-88	171.2023	74005.19.ВЭ.00863794
48	Ba-133	172.2023	74005.19.ВЭ.00863793
49	Cs-137	173.2023	74005.19.ВЭ.00863792
50	Eu-152	174.2023	74005.19.ВЭ.00863791
51	Th-228	175.2023	74005.19.ВЭ.00863790
52	Am-241	176.2023	74005.19.ВЭ.00863789

В таблице 43 приведены данные о количестве поверок радионуклидных источников типа ОСГИ в качестве эталонов 1 и 2 разряда с 2020 по 2023 год [89]. При поверке радионуклидных источников использовались не только вторичные эталоны – радиометрические установки, но и вторичные эталоны ОСГИ-РТ, разработанные в рамках данной диссертационного исследования.

Таблица 43 – Количество поверок с 2020 по 2023 год.

Тип радионуклидного источника	Год	Количество поверок по 1 разряду	Количество поверок по 2 разряду
ОСГИ-РТ (74005-19)	2020	199	-
	2021	334	34
	2022	325	12
	2023	528	36
ОСГИ-Р (40714-09)	2020	83	8
	2021	129	21
	2022	137	50
	2023	26	18
ОСГИ-3 (46383-11)	2020	73	22
	2021	193	100
	2022	307	118
	2023	258	132
ОСГИ-А (58304-14)	2020	17	119
	2021	20	40
	2022	37	63
	2023	33	192
ИМН-Г-1 (44591-10)	2020	1	34
	2021	12	58
	2022	13	29
	2023	19	51
Всего за 2020 год		373	183
Всего за 2021 год		688	253
Всего за 2022 год		819	272
Всего за 2023 год		864	429

На рисунке 49 приведено графическое представление данных о количестве проверок радионуклидных источников типа ОСГИ в качестве эталонов 1 и 2 разряда с 2020 по 2023 год [89].

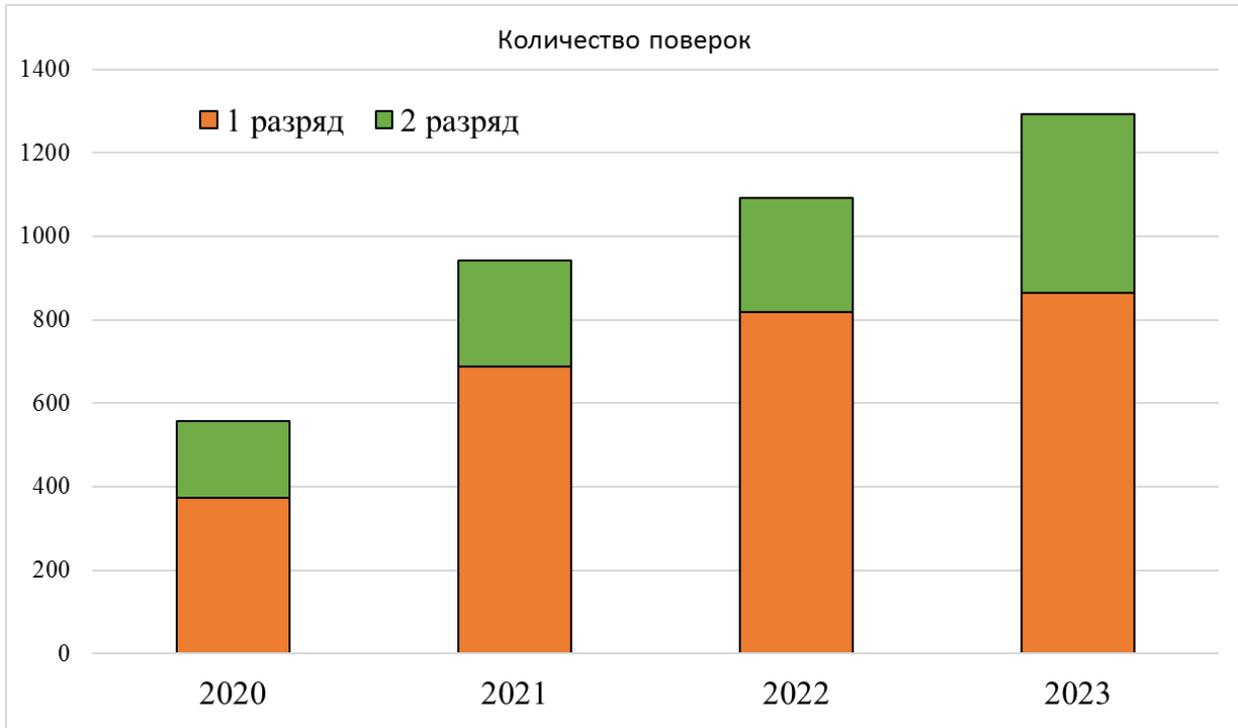


Рисунок 49 – Количество проверок по 1 и 2 разряду

Из таблицы 43 видно увеличение количества проверок с 2020 по 2023 год по 1 разряду в 2,3 раза и по 2 разряду в 2,3 раза, что, вероятно, связано с увеличившимися возможностями по их проверке благодаря появлению в метрологической практике вторичных эталонов ОСГИ-РТ.

5.5 Выводы к главе 5

Выбор восьми радионуклидов (^{241}Am , ^{228}Th , ^{152}Eu , ^{137}Cs , ^{133}Ba , ^{88}Y , ^{60}Co , ^{54}Mn) для вторичных эталонов – радионуклидных источников фотонного излучения обоснован обеспечением перекрытия энергетического диапазона типовых гамма-спектрометров, а также достаточно большого периода полураспада выбранных радионуклидов и высокой интенсивностью гамма-квантов, испускаемых на акт распада. Радионуклидные источники с выбранными восемью радионуклидами используются для проверки 70 % всего количества выпускаемых в РФ точечных радионуклидных источников фотонного излучения.

Испытания в целях утверждения типа средства измерений (номер в ФИФ ОЕИ 74005-19) и определение метрологических характеристик радионуклидных источников типа ОСГИ-РТ с применением разработанной в ходе диссертационного исследования методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта проведено в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.

Менделеева». ОСГИ-РТ обеспечивают поле вторичных эталонов для источников фотонного излучения государственной поверочной схемы [22] с прослеживаемостью к ГЭТ 6-2016 и применяются в качестве вторичных эталонов активности радионуклидов в восьми организациях.

Заключение

В диссертационной работе на основе анализа потребности обеспечения точности гамма-спектрометрических и радиометрических измерений в атомной энергетике, науке, медицине, радиационной экологии предложено решение актуальной научной задачи – повышение уровня метрологического обеспечения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов путём воспроизведения активности радионуклидов в точечных источниках фотонного излучения на ГЭТ 6-2016, а также разработкой и исследованием нового типа вторичных эталонов.

Полученные результаты диссертационного исследования позволяют уменьшить относительную расширенную неопределённость воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов для точечных радионуклидных источников фотонного излучения от ГЭТ 6-2016 средствами измерений (гамма-спектрометрам и радиометрам) для повышения точности гамма-спектрометрических измерений и обеспечения единства измерений в области измерений активности гамма-излучающих радионуклидов.

На основании проведённых исследований получены научные результаты:

1. Научно обоснована применимость метода $4\pi\gamma$ -счёта, реализованного на установке с двумя сцинтилляционными детекторами УЭА-7 в составе ГЭТ 6-2016, для воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения, позволяющего снизить относительную расширенную неопределённость измерений за счёт использования абсолютного метода воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов, вместо относительного метода с использованием калиброванного гамма-спектрометра.

2. Уменьшена относительная расширенная неопределённость воспроизведения единицы активности гамма-излучающих радионуклидов в точечных радионуклидных источниках фотонного излучения и увеличен верхний диапазон посредством исключения компоненты мёртвого времени из формулы измерений и определения чувствительности установки УЭА-7 для 23 радионуклидов методом численного моделирования Монте-Карло, учитывающего процессы взаимодействия излучения радионуклидов с веществом.

3. На основе усовершенствованного воспроизведения и передачи единицы активности гамма-излучающих радионуклидов для точечных радионуклидных источников фотонного излучения, разработана физико-математическая модель определения активности гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне значений от $1 \cdot 10^1$ до $5 \cdot 10^5$ Бк с относительной расширенной неопределённостью ($k=2$) измерений от 0,8 % до 5 % для 23 радионуклидов, что позволяет обеспечить диапазон активности радионуклидов и перекрытие энергетического диапазона от 50 кэВ до 3000 кэВ типовых гамма-спектрометров за счёт соответствующего выбора радионуклидов.

4. Обоснованы принципы выбора счётных образцов и их радионуклидного состава для проведения экспериментальных исследований основных положений методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта, составления бюджета неопределённости измерений, оценивания относительного суммарного СКО и доверительных границ относительной погрешности.

5. Доказана эквивалентность воспроизведения активности гамма-излучающих радионуклидов методами $4\pi\gamma$ -счёта, $4\pi\beta\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\alpha\text{-}\gamma$ -совпадений, $4\pi\beta$ -счёта, КХ- γ -совпадений, реализуемыми в ГЭТ 6-2016, посредством сличения установок с подтверждёнными в международных ключевых сличениях измерительными возможностями с помощью образцов удельной активности ^{60}Co , ^{131}I , ^{133}Ba , ^{177}Lu , ^{241}Am и ^{137}Cs и активности ^{54}Mn и ^{88}Y . Полученный результат измерения удельной активности раствора ^{60}Co с относительной расширенной ($k=2$) неопределённостью измерений 0,17 % на установке УЭА-3, реализующей метод $4\pi\beta\text{-}\gamma$ -совпадений, подтвердил измерительные возможности государственного первичного эталона ГЭТ 6-2016.

6. Разработаны, испытаны и внедрены вторичные эталоны - точечные радионуклидные источники фотонного излучения ОСГИ-РТ на основе 8 радионуклидов (^{241}Am , ^{228}Th , ^{152}Eu , ^{137}Cs , ^{133}Ba , ^{88}Y , ^{60}Co , ^{54}Mn) с применением разработанной методики измерений активности радионуклидов методом $4\pi\gamma$ -счёта.

Внедрение полученных в ходе диссертационной работы результатов позволило обеспечить потребности метрологических центров, калибровочных, поверочных и испытательных лабораторий во вторичных эталонах – радионуклидных источниках фотонного излучения, а также повысить точность гамма-спектрометрических и радиометрических измерений в атомной энергетике, науке, медицине, радиационной экологии и обеспечить единство измерений в области измерений активности радионуклидов.

Список сокращений

- BIPM – Bureau International des Poids et Mesures;
- CAEN – Costruzioni Apparecchiature Elettroniche Nucleari S.p.A.;
- CIPM MRA – International Committee for Weights and Measures Mutual Recognition Arrangement;
- CMC – Calibration and Measurement Capabilities;
- KCDB – the BIPM key comparison database;
- KCRV – key comparison reference value;
- MCC 3D – Monte Carlo Calculation 3D;
- SIR – Syst`eme International de R´ef´erence;
- ГПС – Государственная поверочная схема;
- ГЭТ 6-2016 – Государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников;
- ГЭТ 6-95 – Государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников;
- ИМН-Г – источник радионуклидный фотонного излучения метрологического назначения закрытый;
- НМИ – национальный метрологический институт;
- ОСАИ – образцовые спектрометрические альфа-источники
- ОСГИ – образцовые спектрометрические гамма-источники;
- РФ – Российская Федерация;4
- СИ – средство измерений;
- СКО – среднее квадратичное отклонение;
- УЭА-3 – установка со счётчиками альфа-, бета-, гамма и рентгеновского излучения для воспроизведения единицы активности радионуклидов со сложными схемами распада методом совпадений;
- УЭА-4 – установка с ионизационной камерой для воспроизведения единицы активности радионуклидов в источниках гамма-излучения ионизационным методом;
- УЭА-5 – установка с калориметром для воспроизведения единицы активности радионуклидов в источниках фотонного излучения калориметрическим методом;
- УЭА-6 – установка с альфа- бета- счётчиком на основе жидкого сцинтиллятора, реализующая метод отношения двойных и тройных совпадений (TDCR) для воспроизведения единицы удельной активности альфа- и бета- излучающих радионуклидов;

УЭА-7 – установка со сцинтиллятором Na(I) для фотонного излучения для воспроизведения единицы активности радионуклидов методом 4π -счёта;

УЭАП-1 – установка со счётчиками бета-излучения для воспроизведения единиц активности бета-излучающих радионуклидов и потока (внешнего излучения) бета-частиц методом 4π бета-счёта;

УЭАПП-2 – установка со счётчиками альфа-излучения для воспроизведения единиц активности альфа-излучающих радионуклидов и потока (внешнего излучения) альфа-частиц методами 2π -счёта и определённого телесного угла;

ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Список использованной литературы

1. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. – [Электронный ресурс]. – URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4> (дата обращения: 03.07.2024).
2. Фоминых В. И. Метрологическое обеспечение измерений ионизирующих излучений / В. И. Фоминых, И. А. Харитонов, М. Ф. Юдин // в сб. Метрологическая энциклопедия. 2-е изд. – СПб.: Лики России, 2015. – С. 669–674.
3. Постановление Правительства РФ от 16 ноября 2020 года № 1847 «Об утверждении перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений». Текст: электронный. – [Электронный ресурс]. – URL: <http://publication.pravo.gov.ru/Document/View/0001202011230047?index=2> (дата обращения: 03.07.2024)
4. Атомная энергетика и промышленность. Контроль радиационной обстановки. Общие требования. Методические указания [Текст]: методические указания: МУ 2.6.5.008-2016 / ФМБА России. – Москва: 2016. – 6 с.
5. Наркевич Б.Я. Радиационно-гигиеническое обеспечение радионуклидной тераностики рака предстательной железы / Б.Я. Наркевич, М.Б. Долгушин, В.В. Крылов, Н.А. Мещерякова, Т.Ю. Кочетова // Медицинская физика. – 2020. – № 1(85). – С. 97–113.
6. Коростин С.В., Божко Н.С., Сэпман С.В. Обеспечение прослеживаемости измерений активности радионуклидов в ядерной медицине // АНРИ. 2016. № 1 (84). С. 44–48.
7. Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции» ТР ТС 021/2011 // Евразийский экономический союз: [Электронный ресурс]. – URL: <https://eec.eaeunion.org/upload/medialibrary/6ad/TR-TS-PishevayaProd.pdf> (дата обращения 10.07.2024).
8. Юдин М. Ф. Измерение активности радионуклидов: Справочное пособие / М. Ф. Юдин, Н. И. Кармалицын, А. Е. Кочин, Т. Е. Сазонова, В. И. Фоминых, Е. А. Фролов, Е. А. Хольнова. – Л: ВНИИМ, 1997. – 397 с.
9. Точечные источники / АО «РИТВЕРЦ», Российская Федерация: [Электронный ресурс]. – URL: <https://ritverc.com/ru/produkcija/etalonnye-i-kontrolnye-istochniki-i-rastvory/gamma-istochniki/tochechnye-istochniki> (дата обращения 16.03.2021).
10. Источники ионизирующего излучения / АО «Радиевый институт им. В.Г. Хлопина», Российская Федерация: [Электронный ресурс]. – URL: http://khlopin.ru/?page_id=13562 (дата обращения 16.03.2021).

11. Источники ионизирующего излучения / ООО «НТЦ Амплитуда», Российская Федерация: [Электронный ресурс]. – URL: <https://amplituda.ru/catalog/radiatsionnyy-kontrol/istochniki-ioniziruyushchego-izlucheniya/> (дата обращения 16.03.2021).

12. Источники ионизирующего излучения / ФГУП «ВНИИФТРИ», Российская Федерация: [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.vniiftri.ru> (дата обращения 16.03.2021).

13. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. – [Электронный ресурс]. – URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/11> (дата обращения 16.03.2021)

14. Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 декабря 2016 г. № 2091 Об утверждении Государственного первичного эталона единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников. [Текст] // Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии: официальный сайт. – [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/27740> (дата обращения 16.11.2023)

15. Жуков Г. В. Государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016 / Г. В. Жуков, И. В. Алексеев, А. В. Заневский, Н. Н. Моисеев, С. В. Сэпман, Е. Е. Терещенко, С. Г. Трофимчук, И. А. Харитонов, Т. И. Шильникова // Измерительная техника. – 2019. – № 8. – С. 3–7. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2019-8-3-7>.

16. Pommé S. 2007. Methods for primary standardization of activity. *Metrologia* 44: S17–S26. – URL: stacks.iop.org/Met/44/S17 (дата обращения: 16.11.2023).

17. Reher D. F. G., Woods M. J., De Roost E., Sibbens G., Denecke B., Altitzoglou T., Ballaux C., & Funck E. 1992. Standardization of ^{192}Ir . *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 312, 263–268. – URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0168900292901662> (дата обращения: 16.11.2023).

18. García-Toraño E., Peyres V., & Roteta M. 2007. On the standardization of positron emitters by $4\pi\gamma$ counting. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 570, 84–88. – URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168900206016393> (дата обращения: 16.11.2023).

19. Nedjadi Y., Spring P., Bailat C., Decombaz M., Triscone G., Gostely J. J., Laedermann J. P., & Bochud F. 2007. Primary activity measurements with $4\pi\gamma$ NaI(Tl) counting and Monte Carlo calculated efficiencies. *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, 65, 534–538. – URL:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020708X06003943> (дата обращения: 16.03.2021).

20. Pavlik A. & Winkler G. 1983. Survey of standardisation possibilities with a NaI(Tl) well-type detector. *International Journal of Applied Radiation and Isotopes*, 34, 1167–1174.

21. Паспорт научной специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение». Текст: электронный. – [Электронный ресурс]. - URL: <https://vak.minobrnauki.gov.ru/uploader/loader?type=17&name=92259542002&f=14745> (дата обращения: 20.12.2024).

22. ГОСТ 8.033-2023 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников = State system for the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring radionuclide activity, specific radioactivity, flux and flux density of alfa-, beta-particles and photons of radionuclide sources: межгосударственный стандарт: издание официальное: принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 мая 2023 г. № 162-П): введён впервые: дата введения 2023-10-01 / разработан Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»). – Москва: Российский институт стандартизации, 2023. – III, 13 с.

23. Паспорт Государственного первичного эталона единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016.

24. ГОСТ 8.033-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников = State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for means measuring radionuclide activity flux and flux density of alfa-, beta-particles and photons of radionuclide source: межгосударственный стандарт: издание официальное: принят Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования протоколом от 12 апреля 1996 г. № 9–96: введён взамен ГОСТ 8.033–84: дата введения 1997-01-01 / разработан Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологии им. Д.И. Менделеева. – Москва: ИПК Издательство стандартов, 1996. – II, 8 с.

25. Приказ Росстандарта от 29.12.2018 № 2841 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений активности, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников».

[Электронный ресурс]. URL: <https://docs.cntd.ru/document/553849938> (дата обращения: 22.05.2024).

26. Приказ Росстандарта от 30.12.2022 № 3341 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников». [Электронный ресурс]. URL: <https://www.rst.gov.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/397176> (дата обращения: 22.05.2024).

27. Overview Point Sources / The Eckert & Ziegler Group, Germany: [Электронный ресурс]. – URL: https://www.ezag.com/home/products/isotope_products/isotrak_calibration_sources/reference_sources/gamma_sources/point_sources (дата обращения 16.03.2021).

28. Gamma solid sources / Orano Group, France: [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.orano.group/lea/en/radioactive-sources/x-and-gamma-solid-sources/egs-point-gamma-sources> (дата обращения 16.03.2021).

29. Standard sources for gamma spectrometry / Eurostandard CZ s.r.o, Czech Republic: [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.eurostandard.cz/products.html> (дата обращения 05.08.2021).

30. Источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. – [Электронный ресурс]. – URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/350914> (дата обращения 16.03.2021)

31. МП 2104-0001-2009 «Источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные ОСГИ-Р. Методика поверки».

32. Источники фотонного излучения радионуклидные закрытые спектрометрические эталонные // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. – [Электронный ресурс]. – URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/357402> (дата обращения 16.03.2021)

33. МП 7018-001-07625447-10 «Источники фотонного излучения радионуклидные закрытые спектрометрические эталонные ОСГИ-3. Методика поверки»

34. Источники фотонного ионизирующего излучения радионуклидные закрытые // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. – [Электронный ресурс]. – URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/371314> (дата обращения 16.03.2021)

35. МП 2104-002-201 «Источники фотонного ионизирующего излучения радионуклидные закрытые ОСГИ-А. Методика поверки»
36. Источники радионуклидные фотонного излучения метрологического назначения закрытые // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. – [Электронный ресурс]. – URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/355459> (дата обращения 16.03.2021)
37. МГФК.412128.001 МП «Источники радионуклидные фотонного излучения метрологического назначения закрытые ИМН-Г. Методика поверки»
38. CIPM MRA-G-13 Calibration and measurement capabilities in the context of the CIPM MRA. Guidelines for their review, acceptance and maintenance [Электронный ресурс]. - URL: <https://www.bipm.org/documents/20126/43742162/CIPM-MRA-G-13.pdf> (дата обращения 06.01.2025)
39. Соглашение о взаимном признании национальных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, выдаваемых национальными метрологическим институтами / Техническое приложение. Париж. Октябрь 2003.
40. Debertin K. (1996). The Art of Realizing the Becquerel. Applied Radiation and Isotopes, Vol. 47, pp. 423-431. [https://doi.org/10.1016/0969-8043\(95\)00309-6](https://doi.org/10.1016/0969-8043(95)00309-6)
41. Be´ M-M et al. Table of Radionuclides. Monographie BIPM-5. — 2004.
42. Bobin C. Overview of a FPGA-based nuclear instrumentation dedicated to primary activity measurements / C. Bobin, J. Bouchard, S. Pierre, C. Thiam // International Journal of Applied Radiation and Isotopes. – 2012. – Vol. 70. – P. 2012–2017.
43. Well-type detector / Laboratoire National Henri Becquerel, France: [Электронный ресурс]. – URL: <http://www.lnhb.fr/home/presentation-en/well-type-detector> (дата обращения 23.05.2023)
44. Some modifications to Sima’s model for total efficiency calculation of well-type detectors // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. — 2009. — Vol. 281, No. 1. — P. 143–147. — DOI: 10.1007/s10967-009-0066-y.
45. UM2580 - DPP-PSD User Manual. Rev. 8 - September 29th, 2016.
46. Правила содержания и применения государственного первичного эталона единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016
47. William R. Leo. Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments. — Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, 1994. — 2nd edition. — 384 p.
48. Малкин З.М. О вычислении средневзвешенного значения. Сообщения Института прикладной астрономии РАН № 137. Санкт-Петербург, 2001. – 13 с.

49. Жуков Г.В. Исследование мертвого времени установки 4ПГ-счета из состава государственного первичного эталона ГЭТ 6-2016 / Г.В. Жуков [Текст] // АНРИ. – 2023. № 4 (115). С. 39 – 50. – DOI: 10.37414/2075-1338-2023-115-4-39-50
50. Аппроксимация табличных функций в Excel // Образовательный портал «Справочник». — Дата написания статьи: 09.12.2021. [Электронный ресурс] — URL https://spravochnick.ru/informacionnye_tehnologii/approksimaciya_tablichnyh_funkciy_v_excel/ (дата обращения: 14.09.2023).
51. Muller J.W. Generalized dead times / J. W. Muller // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. – 1991. – V. 301, no. 3. – pp. 543-551.
52. Moon P. B. Recent developments in Geiger-Muller counters / P. B. Moon // J. Sci. Instr. – 1937. – V. 14, no 6. – p. 189.
53. Baerg A. P. Variation on the Paired Source Method of Measuring Dead Time / A. P. Baerg // Metrologia. – 1965. – V. 1, no 3. – pp. 131-133.
54. Багаев К. А. Программа для имитационного трёхмерного моделирования систем детектирования и регистрации ионизирующего излучения на базе развитого графического интерфейса / К. А. Багаев, С. С. Козловский, И. Э. Новиков // Журнал «АНРИ». – 2007. – № 4. – С. 35–40.
55. Interactive Chart of Nuclides // National Nuclear Data Center, Brookhaven National Laboratory, USA: – [Электронный ресурс]. – URL: <http://www.nndc.bnl.gov/nudat2> (дата обращения 16.03.2021)
56. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2004. vol. 1, 311 p.
57. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2004, vol. 2, 307 p.
58. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2004, vol. 3, 235 p.
59. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2004, vol. 4, 309 p.
60. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2010, vol. 5, 256 p.
61. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2010, vol. 6, 306 p.
62. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2013, vol. 7, 246 p.

63. Bé M.-M., Chisté V., Duliou C., etc. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides, Bureau International des Poids et Mesures, 2013, vol. 8, 288 p.

64. ТУ 2651-003-26083472-2005 «Детекторы ионизирующих излучений сцинтилляционные на основе кристаллов натрия йодистого, активированных таллием. Технические условия».

65. ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. – Введ. 2018-07-01. – М.: Стандартинформ, 2017. – 110 с.

66. Джелепов, Б.С. Методы разработки сложных схем распада. — Ленинград: Наука, 1974. — 231 с. — (Свойства атомных ядер / АН СССР. Отделение ядерной физики).

67. Sibbens, G., Altitzoglou, T. Preparation of radioactive sources for radionuclide metrology // Metrologia. — 2007. — Vol. 44, No. 4. — P. S71–S78. — DOI: 10.1088/0026-1394/44/4/S09.

68. ГОСТ 8.381-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталоны. Способы выражения точности = State system for ensuring the uniformity of measurements. Standards. Ways for expressing the accuracy: межгосударственный стандарт: издание официальное: принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 ноября 2009 г. № 36): введён взамен ГОСТ 8.381–80: дата введения 2012-01-01 / разработан Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»). – Москва: Стандартинформ, 2019. – III, 21 с.

69. ГОСТ 26874-86 Спектрометры энергий ионизирующих излучений. Методы измерения основных параметров = Ionizing radiation power spectrometers. Methods of basic parameters measurement: государственный стандарт СССР: издание официальное: принят постановлением Госстандарта СССР от 21.04.1986 № 1016: введён впервые: дата введения 1987-01-01. – Москва: Издательство стандартов, 1987. – III, 44 с.

70. Жуков Г.В., Алексеев И.В., Коростин С.В., Токарев Н.А., Белугин К.В., Озерская А.В., Ганиева Р.М. Единица активности ^{68}Ga : прослеживаемость к государственному первичному эталону // Измерительная техника. — 2022. — № 7. — С. 63–68. — DOI: <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-7-63-68>.

71. ГОСТ Р 8.879-2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики калибровки средств измерений. Общие требования к содержанию и изложению = State system for ensuring the uniformity of measurements. Calibration techniques of measuring instruments. General requirements to the contents and statement: национальный стандарт Российской Федерации: издание официальное: утвержден и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 ноября 2014 г. № 1701-ст: введён впервые: дата введения 2015-09-01 / разработан Федеральным государственным унитарным предприятием

«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»). – Москва: Стандартинформ, 2019. – III, 8 с.

72. СанПиН 2.6.1.2523-09. Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009). — Постановление Главного государственного санитарного врача РФ от 7 июля 2009 г. № 47. — М., 2009.

73. СП 2.6.1.2612-10. Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010). — Постановление Главного государственного санитарного врача РФ от 26 апреля 2010 г. № 40. — М., 2010.

74. Ratel Guy. The Système International de Référence and its application in key comparisons // *Metrologia*. — 2007. — Vol. 44. — P. S7–S16.

75. Bé, Marie-Martine, Chisté, Vanessa, Dulieu, Christophe, и др. Monographie BIPM-5 – Table of Radionuclides // Bureau International des Poids et Mesures. — 2004. — Vol. 2. — 307 p.

76. Rytz A. Coherence of activity measurements // *Environ. Int.* — 1978. — Vol. 1. — P. 15–18.

77. Российская Федерация. Законы. Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» от 26.06.2008 N 102-ФЗ (с изменениями в ред. Федеральных законов от 18.07.2011 N 242-ФЗ, от 30.11.2011 N 347-ФЗ, от 28.07.2012 N 133-ФЗ, от 02.12.2013 N 338-ФЗ, от 23.06.2014 N 160-ФЗ, от 21.07.2014 N 254-ФЗ, от 13.07.2015 N 233-ФЗ) [Текст]: / принят Государственной Думой 11 июня 2008 г.: одобр. Советом Федерации 18 июня 2008 г. // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. — [Электронный ресурс]. — URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/1/items/232725> (дата обращения 14.11.2024).

78. Raram Lisa Karam. Application of the CIPM MRA to radionuclide metrology // *Metrologia*. — 2007. — Vol. 44. — P. S1–S6.

79. РМГ 78-2005. Государственная система обеспечения единства измерений. Излучения ионизирующие и их измерения. Термины и определения. — Введ. 2006-09-01. — М.: Стандартинформ, 2006.

80. Michotte C., Courte S., Nonis M., Coulon R., Judge, S., Alekseev I. V., Zanevsky A. V., & Zhukov G. V. Update of the BIPM comparison BIPM.RI(II)-K1.Co-60 of activity measurements of the radionuclide ^{60}Co to include the 2019 result of the VNIIM (Russian Federation) // *Metrologia*. — 2021. — Vol. 58, No. 1A. — P. 06019. — DOI: 10.1088/0026-1394/58/1A/06019.

81. CIPM MRA: Mutual recognition of national measurement standards and of calibration and measurement certificates issued by national metrology institutes, International Committee for Weights and Measures, 1999, pp. 45, Technical Supplement revised in October 2003 (pages 38-41)

82. Pommé S., & Keightley J. Determination of a reference value and its uncertainty through a power-moderated mean // *Metrologia*. — 2015. — Vol. 52, No. 3. — P. S200.

83. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. – Введ. 2015-01-01. – М.: Стандартиформ, 2013. – 40 с.
84. Michotte C., Courte S., Coulon R., Nonis M., Judge S., Laureano-Perez L., Fitzgerald R., van Rooy M. W., van Staden M. J., Lubbe J., Galea R., Moore K., Yeltepe E. & Dirican A. Update of the BIPM comparison BIPM.RI(II)-K1.Ba-133 of activity measurements of the radionuclide ^{133}Ba to include the 2016 result of the NRC (Canada), the 2018 result of the TENMAK-NÜKEN (Türkiye), the 2019 result of the NMISA (South Africa) and the 2019 result of the NIST (United States) // *Metrologia*. — 2022. — Vol. 59, No. 1A. — P. 06020. — DOI: 10.1088/0026-1394/59/1A/06020.
85. Michotte C., Ratel G., Courte S., Dzeil T., Listkowska A., Csete I., Rózsa K., Szücs L., Zsinka A., Fréchou C., Bobin C. & Pierre S. Update of the BIPM comparison BIPM.RI(II)-K1.Am-241 of activity measurements of the radionuclide ^{241}Am to include the 2009 results of the POLATOM (Poland), MKEH (Hungary) and the 2011 results of the LNE-LNHB (France) // *Metrologia*. — 2017. — Vol. 54, No. 1A. — P. 06010. — DOI: 10.1088/0026-1394/54/1A/06010.
86. Michotte C., Coulon R., Courte S., Nonis M., Judge S., Ratel G., Galea R., Moore K., Yeltepe E., & Dirican A. Update of the BIPM comparison BIPM.RI(II)-K1.Cs-137 of activity measurements of the radionuclide ^{137}Cs to include the 2014 result of the NRC (Canada) and the 2018 result of the TENMAK-NÜKEN (Türkiye) // *Metrologia*. — 2024. — Vol. 61, No. 1A. — P. 06014. — DOI: 10.1088/0026-1394/61/1A/06014.
87. Ratel G., & Michotte C. International comparison of activity measurements of a solution of ^{54}Mn , “Final Report of CCRI(II)-K2.Mn-54” // *BIPM*. — 2003.
88. Жуков Г.В. Вторичный эталон единицы активности гамма-излучающих радионуклидов — комплект спектрометрических источников ОСГИ / Г.В. Жуков, И.В. Алексеев, С.М. Аршанский, А.В. Заневский, А.А. Колодка, С.В. Сэпман, Е.Е. Терещенко, С.Г. Трофимчук, Т.И. Шильникова, А.Б. Рогозев // *Анри*. — 2019. — № 4(99). — С. 3–11.
89. СИ, применяемые в качестве эталонов // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. — [Электронный ресурс]. — URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/cm/etalons> (дата обращения 17.07.2024).
90. МИ 3290-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Рекомендация по подготовке, оформлению и рассмотрению материалов испытаний средств измерений в целях утверждения типа. — Москва, 2016.
91. ТУ 27.90.11-006-23102128-2017 Источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные типа ОСГИ-РТ. Технические условия.
92. Источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: официальный сайт. —

[Электронный ресурс]. – URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/537119> (дата обращения 02.11.2023).

Приложение Д

Акронимы для идентификации методов измерения

Каждый акроним имеет шесть компонентов – геометрия-детектор (1)-вид излучения (1)-детектор (2)-вид излучения (2)-метод. Если компонент не установлен используется «??», если не применяется – «00»

Геометрия	Акроним	Детектор	Акроним
4π	4P	proportional counter	PC
defined solid angle	SA	press. prop. counter	PP
2π	2P	liquid scintillation counting	LS
undefined solid angle	UA	NaI(Tl)	NA
		Ge(HP)	GH
		Ge(Li)	GL
		Si(Li)	SL
		CsI(Tl)	CS
		ionization chamber	IC
		grid ionization chamber	GC
		Cerenkov detector	CD
		bolometer	BO
		calorimeter	CA
		plastic scintillator	SP
		PIPS detector	PS
		CeBr ₃	CB
Вид излучения	Акроним	Метод	Акроним
positron	PO	efficiency tracing	ET
beta particle	BP	internal gas counting	IG
Auger electron	AE	CIEMAT/NIST	CN
conversion electron	CE	sum counting	SC
mixed electrons	ME	coincidence	CO
bremsstrahlung	BS	anti-coincidence	AC
gamma rays	GR	coincidence counting with efficiency tracing	CT
X - rays	XR	anti-coincidence counting with efficiency tracing	AT
photons (x + γ)	PH	triple-to-double coincidence ratio counting	TD
photons + electrons	PE	selective sampling	SS
alpha - particle	AP	high efficiency	HE
mixture of various radiations	MX	digital coincidence counting	DC

Пример метода	Акроним
4π (PC) β - γ coincidence counting	4P-PC-BP-NA-GR-CO
4π (PPC) β - γ coincidence counting eff. trac	4P-PP-MX-NA-GR-CT
defined solid angle α -particle counting with a PIPS detector	SA-PS-AP-00-00-00
4π (PPC)AX- γ (GeHP)-anticoincidence counting	4P-PP-MX-GH-GR-AC
4π CsI- β ,AX, γ counting	4P-CS-MX-00-00-HE
calibrated IC	4P-IC-GR-00-00-00
internal gas counting	4P-PC-BP-00-00-IG