

ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Адрес: 198005, г. Санкт-Петербург, Московский пр.19

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Е.П. Кривцов

2019 г.



ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

№ 210/1-2019

**материалов, предназначенных для изготовления
стационарных средств защиты
от рентгеновского излучения**

1 ОБЪЕКТ ИСПЫТАНИЙ

Объектом испытаний являются образцы материалов, предназначенные для изготовления стационарных средств защиты от рентгеновского излучения.

На испытания были представлены пять образцов рентгенозащитной смеси В-БАРИТ/ВШТ-БАРИТ ТУ 23.64.10.110-015-82166262-2018.

Габаритные размеры образцов, представленных на испытания, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Габаритные размеры образцов

Номер образца	1	2	3	4	5
Габаритные размеры, мм					
- длина, мм;	153	150	158	157	200
- ширина, мм;	151	155	152	153	200
- высота, мм	11,53	20,71	32,64	42,71	130

Внешний вид образцов представлен на рисунках А.1-А.5.

Образцы изготовлены и представлены на испытания
ООО «АЛЬФАПОЛ», г. Санкт-Петербург, ИНН 7820312017.

2 МЕСТО ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 3 корпус, пом. 208, 209.

3 ВРЕМЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ

С 17 декабря 2018 г. по 29 марта 2019 г.

4 ЦЕЛЬ ИСПЫТАНИЙ

4.1 Определение кратности ослабления рентгеновского излучения образцами материала при анодном напряжении на трубке 75, 100 и 150 кВ в условиях геометрии узкого пучка.

4.2 Определение свинцового эквивалента образцов материала при анодном напряжении на трубке 75, 100 и 150 кВ.

5 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ

- температура воздуха от 18,5 до 21,0° С;
- атмосферное давление от 100,9 до 101,2 кПа;
- относительная влажность воздуха от 52 до 58 %;
- фон внешнего гамма-излучения 0,12 мкЗв/ч.

6 ИСПЫТАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

При выполнении измерений применялись эталоны, средства измерений и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Эталоны, средства измерений и вспомогательное оборудование

№ п/п	Средства испытаний и вспомогательное оборудование	Заводской номер	Тип	Основные характеристики	Дата поверки
1	Эталонная дозиметрическая установка на основе рентгеновского аппарата ISOVOLT 320 HS из состава ГЭТ 8-2011	01	УЭД-50-320	Диапазон мощностей кермы в воздухе от $2 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ Гр/с Погрешность не более ± 1 %	Паспорт на ГПЭ ГЭТ 8-2011
2	Компаратор из состава ГЭТ 8-2011:				
	- электрометр	4092347	Keithley 6517B	Диапазон измерений	Сертификат калибровки

Подписи лиц, проводивших испытания

№ п/п	Средства испытательного оборудования	Заводской номер	Тип	Основные характеристики	Дата поверки
				тока от $1 \cdot 10^{-16}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ А, основная погрешность измерений не более $\pm 0,4\%$	№ 2201/1/086-2018 действительно от 05.12.2018
3	Компаратор из состава ГВЭТ 8-2:				
	- ионизационная камера	0035	ТМ32005	Диапазон измерений кермы в воздухе от $1 \cdot 10^{-8}$ до $8 \cdot 10^{-3}$ Гр/с	
	- сцинтилляционный детектор		БКМГ-АТ1102	Диапазон измерений кермы в воздухе от $3 \cdot 10^{-11}$ до $1 \cdot 10^{-7}$ Гр/с	
4	Термометр цифровой	016170/22	F252	Диапазон измерений температуры от 0 до 100°C , погрешность $\pm 0,01^{\circ}\text{C}$	Сертификат калибровки RU 01 № H2411/0405-2018 от 14.12.2018
5	Метеометр	МЭС-200А	4989	Диапазон измерений давления от 60 до 110 кПа, погрешность $\pm 0,3$ кПа, Диапазон измерений относительной влажности от 0 до 98 %, погрешность ± 3 %	Свидетельство о поверке № 2551/28937-2018, действительно до 11.10.2019
6	Штангенциркуль цифровой	1078604	500-153	Диапазон измерений от 0 до 300 мм, погрешность 0,01 мм	Свидетельство о поверке № H2511-11-92/19, действительно до 21.03.2020
7	Комплект свинцовых пластин			Размер пластин 230 мм х 204 мм, толщины 0,97; 1,99; 2,98; 3,95 мм. Погрешность измерения толщины не более 1 %	Протокол испытаний № 61-И от 18.02.2003 г. выдан Лабораторией испытаний радиационной защиты и рентгенорадиологической аппаратуры

Подписи лиц, проводивших испытания



7 МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

7.1 Измерения свинцового эквивалента образцов материала выполнялись в поле прямого пучка рентгеновского излучения методом сравнения с мерой, в качестве которой использовался комплект ослабителей, изготовленных из свинцовых пластин определенной толщины.

В фиксированной точке поля рентгеновского излучения были определены кратности ослабления рентгеновского излучения свинцовыми пластинами различной толщины и образцами испытываемых материалов. Полученные данные были представлены в виде графиков функции, определяющей зависимость кратности ослабления излучения от толщины свинца или испытываемого материала.

По графику функции для испытываемого материала определялась эквивалентная толщина образца, выраженная в миллиметрах, при которой кратность ослабления рентгеновского излучения образца и свинцовых пластин заданной толщины (свинцовый эквивалент) одинакова.

7.2 Измерения кратности ослабления образцами и свинцовыми пластинами проводились в условиях геометрии узкого пучка на эталонной дозиметрической установке УЭД 50-320, оснащенной рентгеновским аппаратом ISOVOLT 320 HS с рентгеновской трубкой COOMET с анодом из W, первичной фильтрацией 0,75 мм Be и дополнительной фильтрацией 1,99 мм Al. Выбор дополнительного фильтра был выполнен в соответствии с требованиями СанПиН 2.6.1.1192-03 (Приложение 9).

7.3 Измерения проводились при трех анодных напряжениях 75, 100 и 150 кВ с использованием электрометра Keithley 6517B и ионизационной камеры ТМ30010 объемом 0,6 см³.

7.4 Измерения кратности ослабления образцов проводились в пяти точках, расположенных в середине и по краям образца. При измерениях образец устанавливали таким образом, чтобы ось пучка излучения проходила через точку контроля и была перпендикулярна плоскости образца. Кратность ослабления свинцовых пластин определялась в одной точке – центре пластины.

Расстояние от дальней (по отношению к источнику излучения) поверхности образцов и пластин до анода рентгеновской трубки составляло 400 мм. Устройство коллимации обеспечивало формирование пучка излучения диаметром не более 20 мм на дальней поверхности контролируемого образца. Ионизационная камера располагалась на расстоянии 400 мм от поверхности образца.

7.5 Кратность ослабления излучения образцом $K_{кр}$, отн. ед., вычислялась по формуле

$$K_{кр} = \frac{\dot{K}_0}{\dot{K}_{ко}}, \quad (1)$$

где $\dot{K}_{ко}$ - мощность кермы в воздухе в поле рентгеновского излучения за образцом, Гр/с;

Подписи лиц, проводивших испытания



$\dot{K}_o$ - среднее арифметическое значение мощности кермы в воздухе в поле рентгеновского излучения без образца, Гр/с.

Кратность ослабления излучения свинцовой пластиной K_{Pb} , отн. ед., вычислялась по формуле

$$K_{Pb} = \frac{\dot{K}_o}{\dot{K}_{Pb}}, \quad (2)$$

где $\dot{K}_{Pb}$ - среднее арифметическое значение мощности кермы в воздухе в поле рентгеновского излучения за свинцовой пластиной, Гр/с;

$\dot{K}_o$ - среднее арифметическое значение мощности кермы в воздухе в поле рентгеновского излучения без свинцовой пластины, Гр/с.

7.6 Высота (толщина) образца материала измерялась в пяти точках с помощью цифрового штангенциркуля. За толщину образца принималось среднее арифметическое из измеренных значений. Результаты измерения толщины образцов представлены в таблице 1.

8 РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

8.1 Результаты измерений кратности ослабления рентгеновского излучения образцом материалов и свинцовыми пластинами приведены в таблицах 3 и 4.

Таблица 3 -Кратность ослабления рентгеновского излучения образцом при напряжении 75 кВ

Номер образца	Кратность ослабления при напряжении генерирования 75 кВ, $K_{кр}$, в точке контроля, отн. ед.						СКО, %
	1	2	3	4	5	среднее	
1	944	942	905	797	882	894	3,0
2	$418 \cdot 10^2$	$420 \cdot 10^2$	$406 \cdot 10^2$	$476 \cdot 10^2$	$393 \cdot 10^2$	$422 \cdot 10^2$	3,3
3	$3,15 \cdot 10^6$	$3,28 \cdot 10^6$	$3,49 \cdot 10^6$	$3,90 \cdot 10^6$	$2,59 \cdot 10^6$	$3,28 \cdot 10^6$	7
4	$3,85 \cdot 10^7$	$6,59 \cdot 10^7$	$4,88 \cdot 10^7$	$5,86 \cdot 10^7$	$4,94 \cdot 10^7$	$5,22 \cdot 10^7$	9
5 ¹	-	-	-	-	-	$4,12 \cdot 10^{16}$	-

¹ Оценка кратности ослабления выполнена расчетным методом

Таблица 4 -Кратность ослабления рентгеновского излучения образцом при напряжении 100 кВ

Номер образца	Кратность ослабления при напряжении генерирования 100 кВ, $K_{кр}$, в точке контроля, отн. ед.						СКО, %
	1	2	3	4	5	среднее	
1	151	151	147	137	146	147	1,8
2	1251	1248	1240	1356	1208	1261	2,0
3	$137 \cdot 10^2$	$130 \cdot 10^2$	$135 \cdot 10^2$	$137 \cdot 10^2$	$133 \cdot 10^2$	$134 \cdot 10^2$	0,9
4	$926 \cdot 10^2$	$880 \cdot 10^2$	$887 \cdot 10^2$	$797 \cdot 10^2$	$879 \cdot 10^2$	$874 \cdot 10^2$	2,4
5 ²	-	-	-	-	-	$1,53 \cdot 10^{11}$	-

Таблица 5 -Кратность ослабления рентгеновского излучения образцом при напряжении 150 кВ

Номер образца	Кратность ослабления при напряжении генерирования 150 кВ, $K_{кр}$, в точке контроля, отн. ед.						СКО, %
	1	2	3	4	5	среднее	
1	24,3	24,4	24,0	23,2	24,0	24,0	0,9
2	72,2	72,2	71,8	75,3	71,0	72,5	1,0
3	250	244	248	250	247	248	0,5
4	623	602	613	575	602	603	1,3
5	$3,48 \cdot 10^6$	$3,17 \cdot 10^6$	$3,45 \cdot 10^6$	$3,65 \cdot 10^6$	$3,63 \cdot 10^6$	$3,48 \cdot 10^6$	2,5

Таблица 4 - Кратность ослабления рентгеновского излучения свинцовыми пластинами

Толщина свинцовой пластины, мм	Кратность ослабления K_{pb} , отн. ед.		
	75 кВ	100 кВ	150 кВ
0,145	10,7	5,6	3,9
0,390	64,0	20,5	12,3
0,720	362,2	70,9	41,2
0,970	1018	146	85,1
1,690	19938	1117	664
2,97	$234 \cdot 10^4$	28773	17455
3,44	$129 \cdot 10^5$	89607	54191
3,98	$567 \cdot 10^5$	314541	176436

² Оценка кратности ослабления выполнена расчетным методом

Подписи лиц, проводивших испытания

Доверительные границы погрешности результата измерений кратности ослабления Δ находились путем построения композиции распределения случайных погрешностей и неисключенных систематических погрешностей (НСП), рассматриваемых как случайные величины. В соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 «ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения».

$$\Delta = KS_{\Sigma}, \quad (2)$$

где K - коэффициент, зависящий от соотношения случайной составляющей погрешности и НСП.

Суммарное среднее квадратическое отклонение S_{Σ} оценки измеряемой величины вычислялось по формуле

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\theta}^2 + S_x^2}, \quad (3)$$

где S_{θ} - среднее квадратическое отклонение НСП, оцениваемое по формуле

$$S_{\theta} = \frac{\theta_{\Sigma}(P)}{k\sqrt{3}}, \quad (4)$$

где θ_{Σ} - границы НСП, определяемые по формуле

$$\theta_{\Sigma}(P) = k\sqrt{\theta_1^2 + \theta_2^2}, \quad (5)$$

где θ_1 - нелинейность средства измерения, равная 0,5 %;

θ_2 - погрешность метода определения кратности ослабления, равная 1 %;

k - коэффициент, определяемой принятой доверительной вероятностью, при $P=0,95$ $k=1,1$.

В качестве оценки случайной погрешности принимается среднее квадратическое отклонение (СКО) среднего арифметического результата измерения (для некоррелированных оценок измеряемых входных величин) при 5 независимых наблюдениях

$$S_x = \sqrt{\sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial f}{\partial \bar{x}_i} \right)^2 S_i^2}, \quad (6)$$

где $S_i = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^{n_i} (x_{il} - \bar{x}_i)^2}{n_i(n_i - 1)}}$ - СКО оценок измеряемых входных величин,

$\bar{x}_i$ - среднее арифметическое значение i -ой входной величины,

x_{il} - l -й результат измерений i -ой входной величины,

n_i – число измерений i -ой входной величины ($n_i = 5$).

В общем случае СКО результата измерений кратности ослабления образца S_x обусловлено статистическим разбросом показаний прибора при измерении мощности кермы в воздухе $\dot{K}_{KO}$, $\dot{K}_o$ в точке контроля S_1 ($S_1 = 0,7 \%$) и неравномерностью ослабляющих свойств образца по его площади S_2 . Формула для вычисления S_x может быть представлена в следующем виде

$$S_x = \sqrt{S_1^2 + S_2^2}. \quad (7)$$

Доверительные границы случайной погрешности оценки измеряемой величины вычислялись по формуле

$$\varepsilon = tS_x, \quad (8)$$

где t – коэффициент Стьюдента, для количества измерений $n=5$ и $P=0,95$ $t=2,571$.

Коэффициент K определялся по формуле

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_{\Sigma}(P)}{S_x + S_{\theta}}, \quad (9)$$

9 ВЫВОДЫ

В результате испытаний образцов рентгенозащитной смеси В-БАРИТ/ВШТ-БАРИТ ТУ 23.64.10.110-015-82166262-2018 (образцы №№ 1, 2, 3, 4, 5), изготовленных ООО «АЛЬФАПОЛ» для применения в качестве стационарных средств защиты от рентгеновского излучения, определены кратность ослабления и свинцовый эквивалент образцов для напряжений генерирования 75, 100, 150 кВ. Результаты измерений кратности ослабления и свинцового эквивалента приведены в таблице 5.



Таблица 5 - Кратность ослабления рентгеновского излучения образцами материала

Напряжение генерирования	Кратность ослабления, отн. ед.	Свинцовый эквивалент, мм Pb	Доверительные границы относительной погрешности измерений, % (P=0,95)
Образец № 1			
75	894	0,93	5
100	147	0,96	5
150	24	0,56	5
Образец № 2			
75	$422 \cdot 10^2$	1,90	5
100	1261	1,76	5
150	72,5	0,91	5
Образец № 3			
75	$3,28 \cdot 10^6$	3,06	10
100	$134 \cdot 10^2$	2,68	5
150	24	1,34	5
Образец № 4			
75	$5,22 \cdot 10^7$	3,94	10
100	$874 \cdot 10^2$	3,43	5
150	603	1,68	5
Образец № 5			
75	$4,12 \cdot 10^{16}$	11,1	-
100	$1,53 \cdot 10^{11}$	9,42	-
150	$3,48 \cdot 10^6$	5,09	5

Значения толщины материала рентгенозащитной смеси В-БАРИТ/ВШТ-БАРИТ, имеющего кратность ослабления равную кратности ослабления свинца определенной толщины, для напряжений генерирования 75, 100, 150 кВ приведены в таблице 6.

Подписи лиц, проводивших испытания

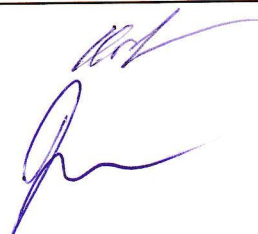


Таблица 6 – Эквивалентная толщина материала рентгенозащитной смеси
В-БАРИТ/ВШТ-БАРИТ ТУ 23.64.10.110-015-82166262-2018

Толщина свинца, мм	Эквивалентная толщина материала (мм) при напряжении на рентгеновской трубке		
	75 кВ	100 кВ	150 кВ
1,0	12,2	12,9	22,9
2,0	21,5	23,9	52,8
3,0	32,2	36,8	76
4,0	43,4	51,3	102
5,0	53	63	128

Руководитель отдела 210
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

С.Г. Трофимчук

Испытания проводили:
руководитель НИЛ 2103

А.В. Оборин

Научный сотрудник НИЛ 2103

Д.С. Гришин

Результаты испытаний, приведенные в настоящем протоколе, распространяются только на образцы, которые подвергались испытаниям.
Протокол не может быть частично или полностью тиражирован без разрешения ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Внешний вид испытываемых образцов материала



Рисунок А.1 – Образец № 1

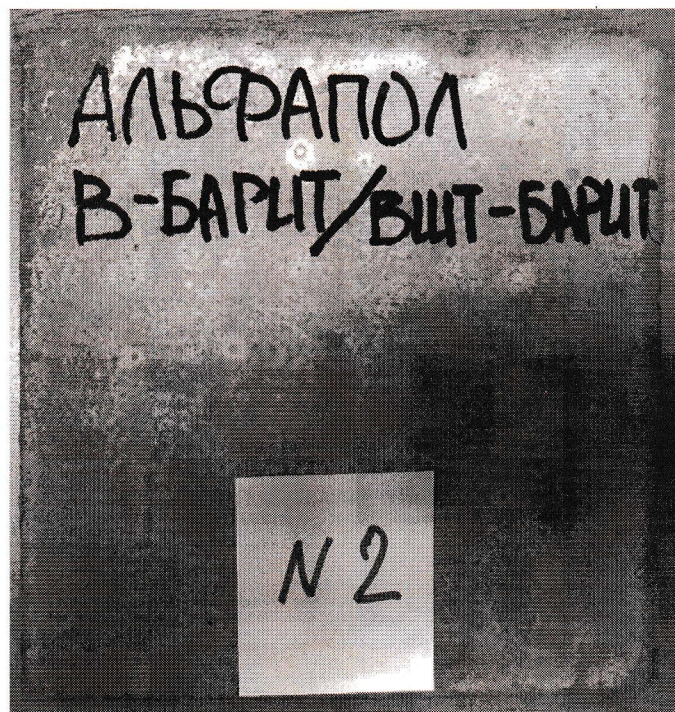


Рисунок А.2 – Образец № 2

Подписи лиц, проводивших испытания

A handwritten signature in blue ink, consisting of several loops and strokes, located at the bottom right of the page.

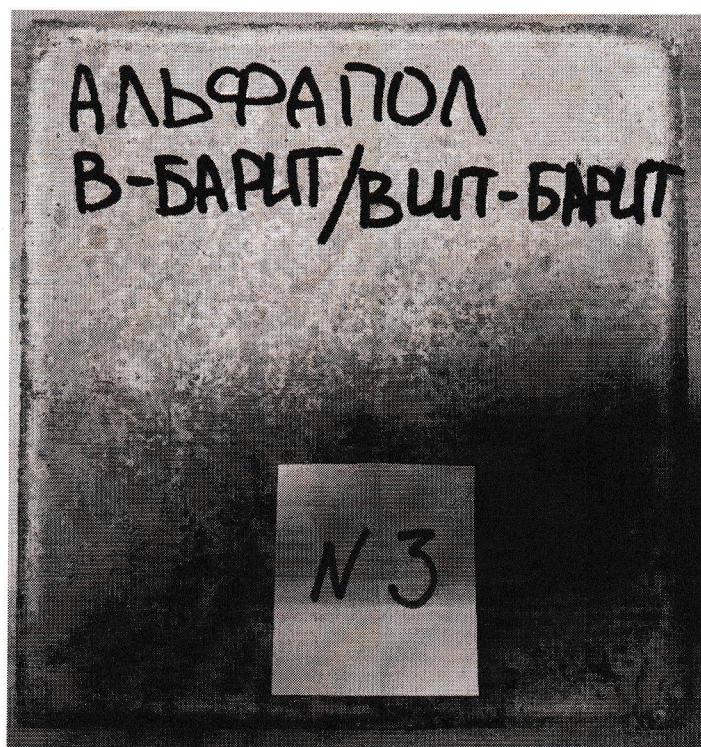


Рисунок А.3 – Образец № 3

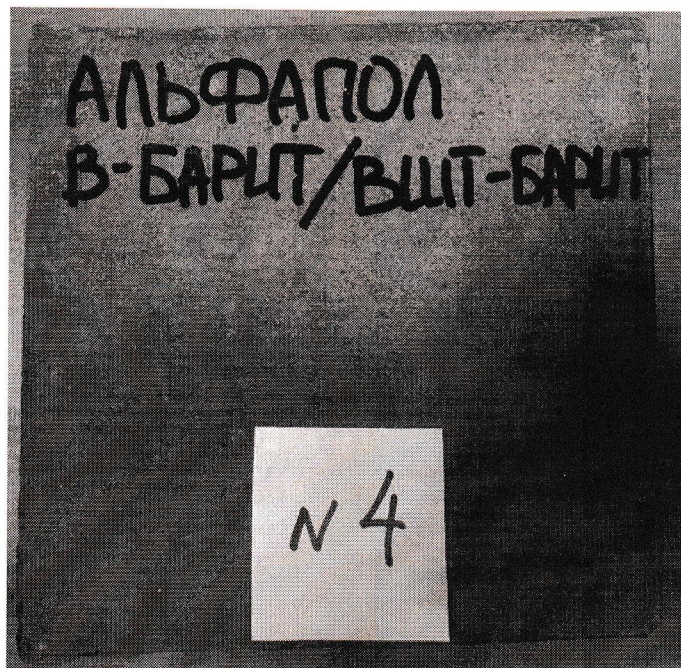


Рисунок А.4 – Образец № 4

Подписи лиц, проводивших испытания

A handwritten signature in blue ink, consisting of several stylized, overlapping strokes.



Рисунок А.5 – Образец № 5

Подписи лиц, проводивших испытания