

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ В РАДИАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

**Р.А. Абдулов, В.В. Алейкин, В.В. Генералова, А.А. Громов,
М.Н. Гурский, И.А. Емельяненко, А.П. Жанжора, А.Е. Сысак,
В.П. Тенишев**

*ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл.
generalova@vniiftri.ru*

В статье освещаются основные направления научных работ ВНИИФТРИ в области технологической дозиметрии

Ключевые слова: высокоинтенсивные ионизирующие излучения, радиационные технологии, доза облучения, государственный эталон, стандартные образцы, аттестация

Ионизирующие излучения высокой интенсивности используются при проведении различных радиационно-технологических процессов, таких как получение новых химических веществ и соединений с уникальными свойствами, термостойких полимерных материалов, отверждение лакокрасочных покрытий, получение термоусаживающихся полимерных трубок, морозостойких изоляционных материалов и других энергоёмких, экологически чистых радиационных технологий.

Особо следует отметить процессы воздействия ионизирующего излучения на изделия медицинского назначения с целью достижения высокого уровня их стерильности ($УС = 10^{-4} - 10^{-6}$). Воздействие ионизирующих излучений также широко используется для деконтаминации растительных лекарственных препаратов, пищевых добавок, радуризации продуктов питания, специй, дезинсекции сельскохозяйственных культур.

Основным параметром радиационной технологии, характеризующим взаимодействие ионизирующих излучений с веществом, является поглощённая доза в облучаемых объектах. От правильности и точности определения поглощённой энергии в объектах зависит качество производимой продукции, её безопасность, эффективность работы радиационно-технологической установки и технико-экономические показатели всего радиационного процесса в целом.

Внедрение в промышленность радиационно-технологических процессов требует, прежде всего, обеспечения единства и правильности измерения основных физических величин ионизирующего излучения, используемых в радиационной технологии. К решению этой проблемы специалисты многих научно-исследовательских институтов СССР, а затем РФ с 1957 г. шли долгим путём. Для этого был решён целый круг научных и технических

проблем: созданы мощные источники ионизирующего излучения на базе радионуклидов большой активности и мощных ускорителей электронов с требуемыми физико-техническими параметрами. На их основе созданы радиационно-технологические установки, предназначенные для проведения собственно радиационно-технологических процессов, выбраны специальные рецептуры материалов и различных объектов, подвергаемых радиационному модифицированию с целью достижения заданных свойств и др. Многие из радиационных процессов в настоящее время нашли промышленное использование. В этой связи появилась острая необходимость разработки стандартизованных средств измерения ионизирующих излучений, аттестованных методик выполнения измерений и создания эталонов для измерения поглощённых доз и мощностей поглощённых доз – основных параметров радиационных процессов. Были разработаны методы передачи размера единиц поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы от эталонов к облучаемым объектам. Таким образом, сложилось новое самостоятельное направление в области метрологии высокоинтенсивного ионизирующего излучения – технологическая дозиметрия, которое получила широкое развитие во ВНИИФТРИ в последние 30 лет [1, 2].

Хотелось бы отметить, что эти исследования находятся в русле решений одной из важнейших задач, которую в качестве приоритетной

выдвигает перед метрологией процесс глобализации современной экономики и прикладных наук в частности.

Глобализация требует обмена товарами и услугами, по своим качествам и безопасности соответствующих определённым требованиям международных стандартов. Главным здесь является совершенствование технологий с внедрением систем качества, основанных на международных стандартах, что напрямую связано с метрологическим обеспечением всего производства в целом.

Современная метрология динамично развивается, расставляя новые акценты, определяя новые приоритеты. Наряду с такими традиционными областями, как физика, инженерные направления, она проникает в самые различные сферы человеческой деятельности. Потребность в точных, прослеживаемых (привязанных к эталонам) измерениях всё больше наблюдается в таких областях, как мониторинг окружающей среды, химия и науки, связанные с ней, биология, охрана здоровья людей.

Важнейшая государственная задача, стоящая перед институтом, – обеспечение единства измерений (прослеживаемости) в стране на международном уровне на основе использования государственных эталонов единиц физических величин, совершенствования существующих эталонов и создания новых путём проведения фундаментальных и прикладных научных исследований.

ФГУП «ВНИИФТРИ» участву-

ет в Соглашении о взаимном признании эталонов и калибровочных сертификатов в области измерений ионизирующих излучений. Он является активным членом КООМЕТ по направлению «Ионизирующие излучения и радиоактивность».

Лаборатория технологической дозиметрии ФГУП «ВНИИФТРИ» также представлена в КООМЕТ, её калибровочные возможности занимают 16 строк (из 28 заявленных ВНИИФТРИ в области дозиметрии) в Приложении С (калибровочные возможности) Соглашения о взаимном признании эталонов и калибровочных сертификатов в области измерений ионизирующих излучений.

Для того чтобы соответствовать строгим требованиям, предъявляемым к участникам КООМЕТ, лабораторией технологической дозиметрии ФГУП «ВНИИФТРИ» были разработаны методики калибровки средств измерений поглощённой дозы интенсивных потоков ионизирующих излучений плёночных, жидкостных и твердотельных химических детекторов поглощённой дозы ионизирующих излучений, радиационных установок с радионуклидными источниками излучений и ускорителями электронов.

Для обеспечения прослеживаемости измерений лаборатория технологической дозиметрии ФГУП «ВНИИФТРИ» принимала участие в ключевых сличениях национальных эталонов в области измерений интенсивных ионизирующих излучений.

В 1991-1992 и 1993-1994 годах

в рамках МАГАТЭ были проведены международные сличения эталонов поглощённой дозы электронного излучения. Организатор сличений – DAMRI/LMRI (Франция). В сличениях приняли участие ведущие метрологические институты 8 стран: Венгрия (Institute of Isotopes), Канада (AECL Whiteshell Laboratories), Дания (Riso), Россия (VNIIFTRI), США (NIST), Франция (DAMRI/LMRI), Япония (JAERI) и Великобритания (NPL). Сличения проводили с помощью эталонов сравнения – аланиновых детекторов, рассылаемых участникам по почте. Во ВНИИФТРИ детекторы облучали на УВТ единицы мощности поглощённой дозы интенсивного бета-излучения (1-й этап – 1991-1992 г.) и промышленном ускорителе электронов в МРТИ РАН в контролируемых по температуре и влажности условиях (2-й этап – 1993-1994 г.). Поглощённую дозу при этом измеряли с помощью образцовой калориметрической установки (рабочий эталон) для градуировки и поверки плёночных химических детекторов по поглощённой дозе электронного излучения с энергией (3-10) МэВ (ОКУГ -3/10). Облучения проводили при заданных МАГАТЭ значениях поглощённой дозы в воде. Измерения показаний детекторов и обработку результатов проводили в МАГАТЭ (Австрия). Отличие результатов измерений, выполненных ВНИИФТРИ, от результатов LMRI составило – 1,2 % при 45 кГр и 3,2% при 12 кГр.

В 1994 – 1995 гг. в рамках

МАГАТЭ были проведены международные сличения эталонов поглощённой дозы интенсивного фотонного излучения. Организатор сличений – МБМВ (BIPM). В сличениях приняли участие ведущие метрологические институты 9 стран: Канада (Nordion International), Дания (Riso), Италия (INEA), Россия (VNIIFTRI), США (NIST), Китай (NIM), Франция (DAMRI), Япония (JAERI) и Великобритания (NPL). Сличения проводили с помощью эталонов сравнения – аланиновых детекторов, рассылаемых участникам по почте. Во ВНИИФТРИ детекторы облучали на вторичном эталоне единицы мощности поглощённой дозы фотонного ионизирующего излучения в стандартных материалах в условиях электронного равновесия при двух заданных значениях поглощённой дозы в воде при контролируемых значениях температуры и влажности воздуха. Измерения детекторов и обработку результатов проводили в МБМВ.

Стандартная неопределённость результатов измерения для всех участников сличений составляет 2,1% при значении поглощённой дозы 15 кГр и 2,4% - при 45 кГр. Отличие результатов измерений, выполненных ВНИИФТРИ, от среднего взвешенного составило – 1,1 %.

Результаты сличений показали, что эталоны ФГУП «ВНИИФТРИ» для интенсивного ионизирующего излучения полностью соответствуют международным требованиям по точности измерений.

В настоящее время основными направлениями научных работ лаборатории технологической дозиметрии являются:

1. Разработка Государственного первичного специального эталона единицы мощности поглощённой дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений для радиационных технологий

Создание эталона позволит обеспечить единство измерений в области радиационных технологий при проведении поверки, калибровки и испытаний средств измерений поглощённой дозы и мощности поглощённой дозы высокоинтенсивных ионизирующих излучений, применяемых для проведения исследований, испытаний реакторных материалов, радиационных нанотехнологических процессов с целью создания новых веществ и материалов с уникальными свойствами для ядерной энергетики, медицинской и фармацевтической промышленности и других областей науки и техники.

Требования к основным метрологическим и техническим характеристикам ГПЭ отражены в приведённой ниже таблице.

С целью увеличения мощности поглощённой дозы в облучателе гамма-установке МРХ-гамма-100 была проведена перезарядка источников радионуклида ^{60}Co и в гамма-установке ЛМБ-гамма-1М радионуклида ^{137}Cs . При этом мощность поглощённой дозы в облучателе увеличилась в 3 раза.

Характеристики	Фотонное излучение	Электронное излучение	Бета-излучение
Диапазоны значений величин:			
Энергии излучения, МэВ	0,66 и 1,25	От 0,3 до 10	До 2,3 (макс)
Поглощённой дозы, Гр	От 10^3 до $2 \cdot 10^6$	От 10^3 до $2 \cdot 10^6$	От 10^2 до $2 \cdot 10^6$
Мощности поглощённой дозы, Гр/с	От 10^2 до 10^3	От 10^2 до $2 \cdot 10^5$	От 1 до 10^2
СКО	$2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
НСП	$6 \cdot 10^{-3}$	$(1,5 - 4) \cdot 10^{-2}$	$(1,2 - 4) \cdot 10^{-2}$

Была проведена глубокая модернизация бета-установки БОИС с точником бета-излучения ИРУС ($^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$) с целью улучшения метрологических характеристик (замена механизма подъёма стола с локальным калориметром интегрального теплового потока со сменным поглотителем, замена блокировок и установка высокоточного таймера).

Применяемые в плёночном калориметре для измерения температуры поглотителя уникальные тонкоплёночные термопреобразователи на радиационно-стойкой полиимидной основе позволяют измерять мощность тепловыделения, а следовательно, и МПД, в сменном поглотителе, изготовленном из любого материала (в твёрдом состоянии) толщиной от 0,1 до 1 мм. Такой метод позволяет исключить составляющую погрешности МПД в материале, связанную с пересчётом значения МПД в стандартном материале – графите. Этот калориметр позволяет измерять МПД бета-излучения радионуклида ($^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$) в выбранном материале в диапазоне от 1 до 100 Гр/с.

Для измерений мощности поглощённой дозы интенсивного электронного излучения промышленных ускорителей электронов, применяемых для целей радиационной технологии, разработана и изготовлена эталонная установка для воспроизведения и передачи единицы мощности поглощённой дозы электронного излучения промышленных ускорителей электронов. Основным измерительным элементом этой установки является калориметр локально-поглощённой дозы, представляющий собой разновидность калориметра интегрального теплового потока.

Повышение чувствительности калориметра и улучшение воспроизводимости его показаний были достигнуты путём изготовления по специальной технологии сварной термобатареи, состоящей из нескольких сот спаев и предназначенной для измерения теплового потока с поверхности поглотителя калориметра. Для обеспечения требуемого диапазона измеряемых калориметром значений МПД электронного излучения был разработан и изготовлен компакт-

ный градуировочный нагреватель калориметра из пленочного отожженного нихрома, имеющий небольшую массу и объем и способный создавать в поглотителе калориметра мощности тепловыделения до максимального значения МПД в $2 \cdot 10^5$ Гр/с.

Для учета возможных изменений МПД электронного излучения ускорителя, связанных с флуктуациями полного тока ускорителя в процессе его работы и с целью снижения погрешности измерений МПД электронного излучения калориметром был разработан и изготовлен монитор тока электронов в установке и применен метод измерения и интегрирования тока электронов в процессе измерений. Разработана конструкция электромагнитного затвора установки и применен метод измерений времени излучения (времени экспозиции) в цифровой электронной форме.

Применение новых технических и методических решений позволило создать эталонную установку, соответствующую по методическим и техническим характеристикам международному уровню. Установка также включена в состав первичного специального эталона.

2. *Разработка стандартных образцов свойств для измерения в широком диапазоне поглощённых доз высокоинтенсивного ионизирующего излучения (плёночные химические, твердотельные, жидкостные детекторы)*

Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов (да-

лее СО) в своей совокупности представляют собой весьма разнообразные объекты. Из метрологических работ, для которых предназначены СО, следует, что они по метрологической классификации средств измерений подлежат отнесению к рабочим эталонам или «метрологическим СИ», так как они предназначены для установления метрологических характеристик других СИ, либо для метрологического контроля СИ и МИ с целью определения соответствия их метрологических характеристик установленным требованиям. Это вполне соответствует определению понятия «эталон», приведенному в Законе РФ «Об обеспечении единства измерений». Действительно, многие СО утверждённых типов включены в состав государственных поверочных схем (ГПС).

В настоящее время лабораторией технологической дозиметрии разработано шесть типов стандартных образцов, предназначенных для радиационно-технологических работ с высокоинтенсивными ионизирующими излучениями. Ниже перечислены виды стандартных образцов, выпускаемых ВНИИФТРИ:

- Государственный стандартный образец поглощённой дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) СО ПД(Ф)Э-5/50. Сертификат об утверждении типа СО № 1688;

- Государственный стандартный образец поглощённой дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) СО ПД(Ф)Р-30/200. Сертифи-

кат об утверждении типа СО № 1687;

- Государственный стандартный образец поглощённой дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с феназиновым красителем) СО ПД(Ф)Р-5/50. Сертификат об утверждении типа СО № 1560;

- Государственный стандартный образец поглощённой дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с 4 диэтиламиноазобензоловым красителем) СО ПД(Э) - 1/10. Сертификат об утверждении типа СО № 3532;

- Государственный стандартный образец поглощённой дозы фотонного (силикатное стекло с добавкой никеля) СО ПД (ДТС) – 0,05/10. Свидетельство об утверждении типа СО № 1048;

- Государственный стандартный образец поглощённой дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с 4 диэтиламиноазобензоловым красителем) СО ПД(Э) - 1/10.

Стандартные образцы используются для аттестации радиационно-технологических установок с электронными ускорителями и радионуклидными источниками в количестве около 15000 штук в год.

3. Создание нормативной базы в области измерений интенсивных потоков ионизирующих излучений в виде национальных и межгосударственных стандартов, методик измерений, методик аттестаций и технологических регламентов

Для обеспечения методов измерений, методик, рекомендуемых

средств измерений при проведении различных радиационно-технологических процессов были разработаны нормативные документы, которые после многолетних испытаний и проверок в настоящее время рекомендованы в качестве международных. К ним относятся следующие:

- «Изделия медицинского назначения. Радиационная стерилизация. Методика дозиметрии»;

- «Установки радиационно-технологические с радионуклидными источниками излучения для стерилизации изделий медицинского назначения»;

- «Установки радиационно-технологические с ускорителями электронов для стерилизации изделий медицинского назначения»;

- «Поглощенные дозы фотонного и электронного излучений при установлении стерилизующей и максимально-допускаемой дозы для медицинских изделий, подвергаемых радиационной стерилизации»;

- «Метрологическое обеспечение измерений поглощённой дозы ионизирующего излучения при испытаниях и радиационной стерилизации изделий медицинского назначения».

В межгосударственной рекомендации рассмотрены требования, процедуры и порядок при проведении аттестации радиационно-технологических установок с радионуклидными источниками и ускорителями электронов, определения поглощённых доз в продукции, включая основные положения, условия проведения измерений, используе-

мые средства измерений, требования к квалификации исполнителей, требования безопасности, порядок проведения аттестации, обработку результатов измерений, оформление результатов аттестации. В настоящее время разработаны документы, направлены на обсуждение, согласование и утверждение.

4. Аттестация радиационно-технологических установок по поглощённой дозе в продукции

Аттестация параметров излучения на промышленных радиационно-технологических установках проводится в соответствии с требованиями выполняемых на них работ. Устанавливаются режимы работ электронных ускорителей, их параметров в соответствии с требованиями проводимых на них процессов радиационной стерилизации медицинских изделий, лекарственных компонентов, пищевых продуктов, а также при квалификационных испытаниях на радиационную стойкость изделий различных композиций и чистых материалов.

Ежегодно проводится аттестация радиационно-технологических установок в соответствии с требованиями выполняемых на них работ. Проводятся измерения поглощённых доз в различных видах продукции, при этом особое внимание придаётся аттестации различных видов медицинской продукции категории «СТЕРИЛЬНО».

К основным радиационно-технологическим установкам относятся:

РТУ с ускорителем электронов РТЭ-1В, ГОУ СПбГПУ НИИЯФ,

Альманах современной метрологии, 2015, №2

г. Санкт-Петербург;

РТУ с гамма-установкой «Стерилизация III», ОАО «Фирма Медполимер», г. Санкт-Петербург;

РТУ с гамма-установкой ГУТ-200 М, НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва;

РТУ с гамма-установкой «ПИНЦЕТ» ЗАО «Татхимфармпрепараты», г. Казань;

РТУ с ускорителем электронов УЭЛР-10-10С2, ООО «РАД», г. Санкт-Петербург, п. Песочный;

РТУ «Стерус-1», ОАО «МРТИ РАН», г. Москва;

РТУ с ускорителем электронов УЭЛВЭ-10-10, ФГУП «НПП Торий», г. Москва;

РТУ с ускорителем электронов ИЛУ-10, ООО «СФМ Фарм», рп. Кольцово, Новосибирская обл.;

РТУ с ускорителем электронов ИЛУ-10 ООО «Эвалар» г. Бийск;

Бета-установка БОЭИ №1 ОАО «ОКБ КП», г. Мытищи, Московская обл. и ряд других установок. Первая радиационная установка с ускорителем электронов СТЕРУС, выполненная по решению Правительства специально для процесса радиационной стерилизации медицинских изделий. Коллектив организаций, выполняющих эту работу (8 организаций), был удостоен Государственной премией по науке и техники. Среди участников в этой работе был представлен также «ВНИИФТРИ».

В настоящее время ежегодно проводится аттестация более тридцати радиационно-технологических установок, на которых подвергается радиационному воздействию около

290 видов продукции.

5. Проведение международных сличений поглощённых доз ионизирующих излучений

Лаборатория технологической дозиметрии принимала участие в рамках МАГАТЭ в международных сличениях эталонов поглощённой дозы электронного излучения (1991-1992; 1993-1994 гг.). Организатор сличений – DAMRI/LMRI (Франция). В сличениях приняли участие ведущие метрологические институты восьми стран. Отличия измерений, выполненных ВНИИФТРИ, от других метрологических институтов находились в диапазоне 1,2 - 3,2 %.

В 1994-1995 гг. в рамках МАГАТЭ были проведены международные сличения эталонов поглощённой дозы интенсивного фотонного излучения. Организатор сличений – МБВБ (BIPM). Отличие ре-

зультатов измерений, выполненных ВНИИФТРИ, от среднего взвешенного составило – 1,1 %.

Приведенные результаты, решаемые лабораторией технологической дозиметрии, отражают актуальность проблемы в обеспечении единства измерений поглощённых доз в радиационных технологиях, поскольку непосредственно связаны с качеством, безопасностью, эффективностью радиационных производств, имеющих первостепенное значение для народно-хозяйственной деятельности страны.

Литература

1. 50 лет ВНИИФТРИ. История и современность. М.: Стандартиформ, 2006, с. 153-154.

2. Обеспечение единства измерений в радиационных технологиях. Менделеево: ВНИИФТРИ, 2007.