

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ «РОСАТОМ»
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ
ИМЕНИ АКАДЕМИКА А.А. БОЧВАРА»
(АО «ВНИИНМ»)

УТВЕРЖДАЮ



Директор научно-
исследовательского
метрологического отделения –
руководитель Провайдера МСИ
В.Б. Горшков
» двенадцать 2022 г.

ОТЧЕТ №532/929-2022
О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ СУММАРНОЙ
УДЕЛЬНОЙ (ОБЪЕМНОЙ) БЕТА-АКТИВНОСТИ ВОДНЫХ СРЕД
по программе П.МСИ.РХКВ-532/010.2-2022

МОСКВА 2022

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	3
1. Определяемые показатели.....	3
2. Образцы для проверки квалификации	3
3. Методы (методики) измерений и испытаний.....	4
4. Анализ результатов исследований	5
5. Вывод.....	8
6. Заключение.....	8
7. Контактные сведения о Провайдере МСИ	9
8. Конфиденциальность	9

ВВЕДЕНИЕ

Целью данных межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества измерений суммарной удельной (объемной) бета-активности водных сред.

В МСИ приняли участие 4 лаборатории.

Проведение МСИ осуществлялось на договорной основе с организациями-участниками.

1. Определяемые показатели

Определяемый показатель (параметр): суммарная удельная (объемная) бета-активность.

Объект измерения: водный раствор.

Диапазон измерений: от 1,0 до 100 Бк/кг.

2. Образцы для проверки квалификации

В качестве объекта для проверки квалификации (ОПК) при проведении МСИ изготовлены специальные ОПК.

Требования к изготовлению, контролю качества и хранению изложены в техническом задании ТЗ 505/532-55-2022 от 03.03.2022 г.

Для изготовления ОПК использовался азотнокислый раствор, содержащий равновесную смесь β -излучающих радионуклидов $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$.

Материал ОПК был расфасован в полипропиленовые пробирки с герметично закрывающимися крышками. Каждая пробирка была снабжена этикеткой, на которой указывается наименование Программы МСИ, шифр ОПК, объем ОПК. Потребительская и транспортная тара обеспечивали условия, при которых сохраняется целостность упаковки и неизменность метрологических характеристик материала ОПК.

Однородность обеспечена процедурой приготовления ОПК. Все ОПК приготовлены из водного (азотнокислого) раствора с процедурой многократного перемешивания. Стабильность ОПК обеспечивается применением кислых растворов и учетом радиоактивного распада (протокол аттестации №532/878 от 03.03.2022).

Приписанные значения и значения расширенной неопределенности приписанного значения характеристики изложены в протоколе № 532/878-2022 и таблицах 1-2 данного отчета.

Прослеживаемость приписанного значения обеспечивалась применением эталонных радиоактивных растворов (ЭРР), имеющих статус рабочих эталонов 1 разряда и калиброванных с помощью первичного государственного эталона, калиброванных мер вместимости и поверенных средств измерений.

3. Методы (методики) измерений и испытаний

Для проведения измерений могли быть использованы любые методики измерений. В перечень методик, которые были использованы при определении суммарной удельной (объемной) бета-активности, вошли:

- МР 2.6.1.0064-12. Ионизирующее излучение. Радиационная безопасность. Радиационный контроль питьевой воды методами радиохимического анализа. Методические рекомендации;

- Руководство по эксплуатации CPR-000295. Автоматический низкофоновый радиометр альфа и бета излучения iMatic (CANBERRA);

- Суммарная альфа-бета-активность природных вод, пресных и минерализованных. Подготовка проб и выполнение измерений, ФР.1.40.2013.15386;

- Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного бета-спектрометра с программным обеспечением «ПРОГРЕСС»;

- Методика выполнения измерений суммарной альфа- и бета-активности водных проб (пресные природные воды хозяйственно-питьевого назначения) после концентрирования радиометром УМФ-2000.

4. Анализ результатов исследований

Обработка полученных результатов производилась в соответствии с требованиями и с использованием алгоритмов, описанных в ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для каждой лаборатории рассчитывалась величина критерия (E_n) по формуле:

$$(E_n)_i = \frac{x - X_i}{\sqrt{U_x^2 + U_{X_i}^2}}, \quad (1)$$

где X_i – результат измерения i -ой лаборатории;

x – приписанное значение ОПК;

U_x – заявленное i -й лабораторией значение расширенной неопределенности результата измерения, соответствующее погрешности результата при доверительной вероятности $P=0,95$;

U_{X_i} – расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, соответствующая погрешности результата при доверительной вероятности $P=0,95$.

Если выполняется неравенство $|(E_n)_i| \leq 1$, результат i -той лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных погрешностей (неопределенности).

Если $|(E_n)_i| > 1$, результат i -той лаборатории считается неудовлетворительным.

Результаты расчета E_n представлены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Результаты расчета статистического критерия при определении суммарной удельной (объемной) бета-активности

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Погрешность (расширенная неопределенность) результата лаборатории, Бк/кг	E_n	Результат
1	74,64	2,4	47,5	7,1	3,62	неудовлетворительно
2	73,7	2,4	64,69	12,94	0,68	удовлетворительно
3	73,2	2,4	85	19	0,62	удовлетворительно
5	72,2	2,4	50,1	18,3	1,20	неудовлетворительно

На рисунке 1 представлена диаграмма, являющиеся графическим отображением оценки результатов лабораторий по статистическому критерию.

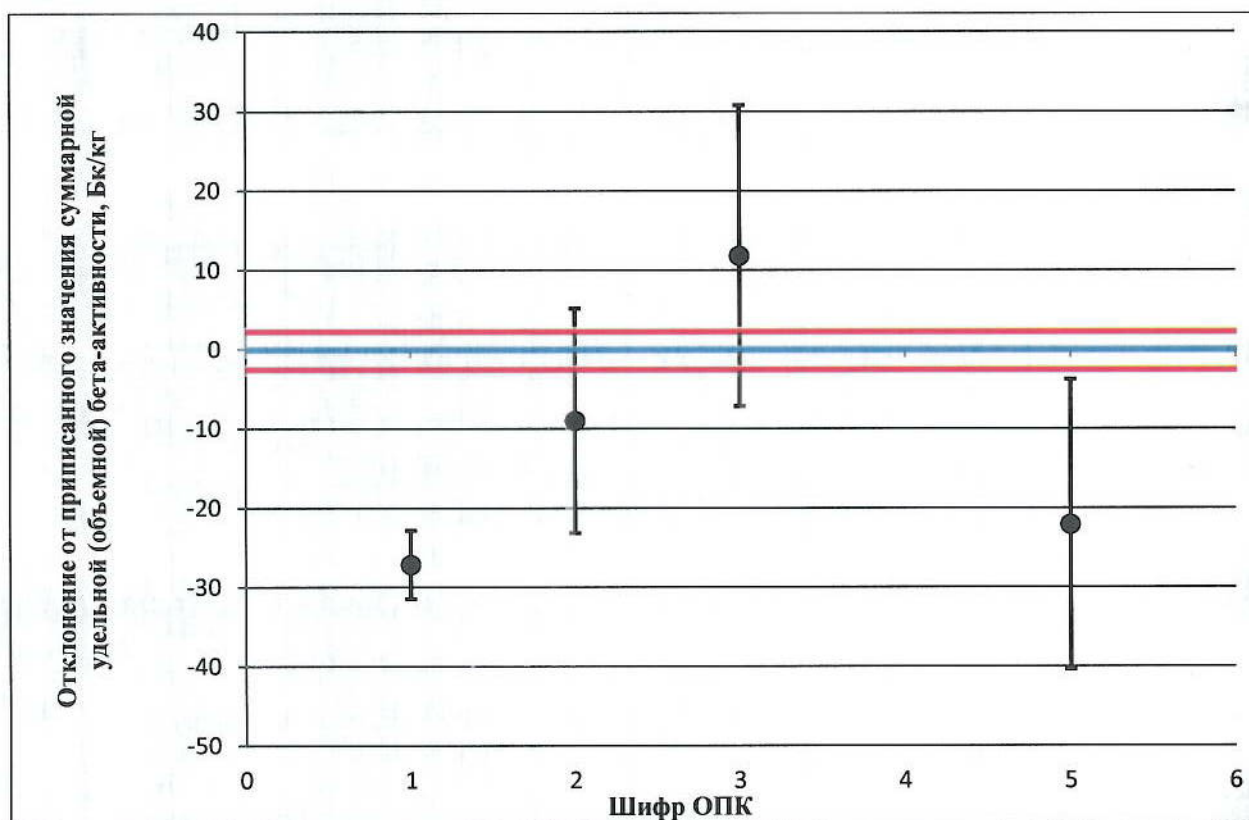


Рисунок 1 – Результаты определения суммарной удельной (объемной) бета-активности

На диаграмме каждый результат представлен с указанием границ погрешности (неопределенности) измерения, указанной лабораторией.

Центральной линией обозначено нулевое отклонение от приписанного значения ОПК, интервал, ограниченный красными линиями, – границы неопределенности приписанного значения ОПК.

Результаты измерений, погрешности (неопределенности) которых имеют пересечения с границами неопределенности ОПК и удовлетворяют значению статистического критерия $E_n \leq 1$, считаются удовлетворительными в границах заявленных погрешностей (неопределенностей).

По результатам анализа выявлено, что по показателю суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов 50% результатов удовлетворительны по статистическому критерию.

Вторым критерием оценки качества результатов измерений, проведенных лабораторией, является Z-индекс.

На основе результатов измерений вычисляется значение Z-индекса для каждого полученного от лаборатории результата измерений по формуле:

$$Z = \frac{X - C}{\sigma(\Delta_D)}, \quad (2)$$

где X – результат измерений;

C – приписанное значение ОПК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_D)$ – среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики измерений, равное $\Delta/2$ (РМГ-103-2010 ГСИ).

Заключение о качестве результатов измерений контролируемого объекта по каждому определяемому показателю делали на основе сравнения значения $|Z|$ с установленными нормативами контроля:

– при $|Z| \leq 2$ качество результатов измерений признают удовлетворительным;

- при $2 < |Z| \leq 3$ качество результатов измерений признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;
- при $|Z| > 3$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

Результаты расчета Z-индекса представлены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Результаты расчета Z-индекса при определении суммарной удельной (объемной) бета-активности

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Погрешность (расширенная неопределенность) результата лаборатории, Бк/кг	Z	Результат
1	74,64	2,4	47,5	7,1	7,65	неудовлетворительно
2	73,7	2,4	64,69	12,94	1,39	удовлетворительно
3	73,2	2,4	85	19	1,24	удовлетворительно
5	72,2	2,4	50,1	18,3	2,42	сомнительно

В целом значения Z-индекса коррелируют со значениями статистического критерия (таблица 1).

5. Вывод

Две из четырех поучаствовавших в МСИ лабораторий получила удовлетворительные результаты измерений.

6. Заключение

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний участникам были выданы свидетельства об участии. Все свидетельства в качестве приложения содержат заключения с результатами измерений и указанием критериев их оценки.

7. Контактные сведения о Провайдере МСИ

Провайдер МСИ (АО «ВНИИНМ»), аккредитованный в национальной системе аккредитации (уникальный номер записи в реестре аккредитованных лиц №RA.RU.430166).

123060, Москва, а/я 369, АО «ВНИИНМ»; тел./факс: 8 (499) 190-23-25.

Руководитель Провайдера МСИ – директор научно-исследовательского метрологического отделения АО «ВНИИНМ» Горшков В.Б.

Координатор программы – начальник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИНМ» Максимова И.М.

8. Конфиденциальность

Конфиденциальность обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, разработанным Провайдером МСИ. На основании РК полная информация о результатах проведенной Программы предоставляется только заказчику. Идентичность участников МСИ является строго конфиденциальной информацией и известна только ограниченному числу лиц, принимавших участие в организации МСИ.

Начальник лаборатории
метрологического обеспечения
аналитического контроля –
координатор МСИ, к.х.н.



И.М. Максимова

Ведущий инженер-технолог лаборатории
метрологического обеспечения
аналитического контроля



Е.Е. Лебенкова

Конец отчета