

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
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

« 15 » декабря 2022 г.



ОТЧЕТ №532/882-2022

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ
АКТИВНОСТИ ГАММА-ИЗЛУЧАЮЩИХ РАДИОНУКЛИДОВ В
ДИАПАЗОНЕ ЭНЕРГИЙ 0,2 - 2,8 МЭВ ВОДНЫХ СРЕД В
ОРГАНИЗАЦИЯХ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»
ПО ПРОГРАММЕ П.МСИ.УАГ-532/030-2021

МОСКВА 2022

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	3
1. Определяемые показатели	3
2. Образцы для проверки квалификации	3
3. Анализ методов (методик) измерений и испытаний	5
4. Анализ результатов МСИ	7
5. Вывод	14
6. Контактные сведения о Провайдере МСИ	14
7. Конфиденциальность	14
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	15

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий отчет составлен по итогам проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) по программе П.МСИ.УАГ-532/030-2021.

Целью межлабораторных сличительных испытаний являлась проверка качества измерений удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах, проводимых в организациях и лабораториях Госкорпорации «Росатом».

В МСИ по контролю качества измерений удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах приняли участие 30 лабораторий организаций, входящих в различные дивизионы Госкорпорации.

1. Определяемые показатели

Объект измерения: водные среды (природные воды, сточные воды, контурные воды).

Определяемый показатель (параметр): удельная активность гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне энергий 0,2-2,8 МэВ.

Диапазон измерений: от 5,0 до 100,0 Бк/кг.

2. Образцы для проверки квалификации

В качестве образца для проверки квалификации (ОПК) при проведении МСИ использован азотнокислый раствор, содержащий γ -излучающий радионуклид ^{137}Cs удельной активностью в диапазоне (от 5,0 до 100,0 Бк/кг).

Изготовление ОПК проводилось специалистами АО «ВНИИНМ» в соответствии с Техническим заданием № 505/532.51-2021.

Требования к изготовлению, контролю качества, хранению ОПК изложены в ТЗ № 505/532.51-2021.

Однородность ОПК обеспечивалась процедурой приготовления всех экземпляров из одного раствора.

В качестве базового раствора, на основании которого изготавливали ОПК для программы, был взят ранее изготовленный (ТЗ 505/532/015-2018) и аттестованный (протокол аттестации от 01.10.2019 г. № 532/777-2019) раствор гамма-излучающего радионуклида ^{137}Cs с удельной активностью на 11.10.2021 равной $(94,1 \pm 2,8)$ Бк/см³.

Пипеткой объемом 1 см³ растворы переносили в транспортировочные флаконы. В каждый флакон был добавлен 1 см³ 0,1 М раствора азотной кислоты.

В качестве приписанного значения удельной активности и его неопределенности принимается аттестованное значение удельной активности гамма-излучающих радионуклидов и его погрешность, составляющие $(94,1 \pm 3,2)$ Бк/кг (протокол аттестации № 532/834-2021 от 11.10.2021 г.).

Расширенная неопределенность приписанного значения при коэффициенте охвата $k=2$ соответствует доверительным границам суммарной погрешности при $P = 0,95$.

Стабильность исследуемой характеристики обеспечивается стабильностью изотопа цезия, период полураспада которого составляет приблизительно 30,17 лет, характеристика остается практически неизменной за время проведения этапа МСИ.

Прослеживаемость приписанного значения ОПК к единицам активности обеспечивается использованием поверенных средств измерения. Передача размера осуществлена от первичного эталона активности ГЭТ 6-2016 в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 29.12.2018 №2841.

3. Анализ методов (методик) измерений и испытаний

Для проведения измерений могли быть использованы любые методики измерений. В перечень методик, используемых лабораториями для определения гамма-излучающих радионуклидов в водных средах, вошли:

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

- Отраслевая инструкция. Растворы технологические. Методика определения состава и активности гамма-излучающих радионуклидов в счетных образцах на полупроводниковом гамма-спектрометре;

- Методика измерений активности (удельной активности) радионуклидов в пробах объектов окружающей среды и продукции предприятий на спектрометрах-радиометрах с применением программного обеспечения «ASW2»;

- Методика измерения активности гамма-излучающих радионуклидов в счетных образцах с применением полупроводникового гамма-спектрометра с программным обеспечением LabSOCS;

- Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SpectraLine»;

- Методика выполнения измерений удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в поверхностных водах окружающей среды в районах размещения атомных станций концерна «Росэнергоатом»;

- Методика измерений активности, удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в счетных образцах с применением полупроводникового гамма-спектрометра CANBERRA с программным обеспечением Genie-2000 по количественному анализу гамма-спектров;

- Методика выполнения измерений. Определение активности гамма-излучающих радионуклидов в счетных образцах на гамма-спектрометре с использованием программного обеспечения «LSRM»;

- Методика выполнения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов в объемных счетных образцах с применением гамма-спектрометрического комплекса Genie-2000;

- Методика измерений объемной активности цезия-137 (^{137}Cs) в пробах природных вод (пресных и минерализованных) гамма-спектрометрическим методом с предварительным концентрированием;

- Методика измерений активности (удельной активности) гамма-излучающих радионуклидов в счетных образцах с применением ППД гамма-спектрометра с программным обеспечением SpectraLineGP;

- Методика измерений удельной активности радия-226, тория-232, калия-40 и цезия-137 в пробах окружающей среды и продукции предприятий с помощью спектрометра-радиометра гамма-, бета- и альфа-излучения МКГБ-01 «РАДЭК»;

- ОСТ 10234-86 «Вещества радиоактивные. Метод измерения состава и активности радионуклидов в источниках гамма и рентгеновского излучения на спектрометре энергий ионизирующих излучений»;

- Цезий-137, кобальт-60, америций-241. Методика измерений активности радионуклидов в объектах окружающей среды и строительных материалах;

- Методика измерений состава и активности в счетных образцах рентгено- и гамма-спектрометрическим методом.

При анализе методик установлено, что все применяемые методики аттестованы, содержат метрологические характеристики и могут быть использованы для проведения измерений в соответствии с 1/10-НПА.

4. Анализ результатов МСИ

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:

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

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 – 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 при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты расчета E_n при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах

№ в отчете	Шифр лаборатории	Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения результата лаборатории, Бк/кг	E_n	Вывод
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	1	17	94,1	3,2	92	27	0,08	Удовлетворительно
2	2	28	94,1	3,2	85	14	0,63	Удовлетворительно
3	3	47	94,1	3,2	148,8	15	3,57	Неудовлетворительно
4	4	22	94,1	3,2	104	24	0,41	Удовлетворительно
5	5	23	94,1	3,2	95,2	14,48	0,07	Удовлетворительно
6	6	49	94,1	3,2	98,1	29,43	0,14	Удовлетворительно
7		50	94,1	3,2	106,8	32,04	0,39	Удовлетворительно
8		17	94,1	3,2	95,3	28,59	0,04	Удовлетворительно
9		26	94,1	3,2	97,2	29,16	0,11	Удовлетворительно
10	7	15	94,1	3,2	97	12	0,23	Удовлетворительно
11		15	94,1	3,2	94,3	11,3	0,02	Удовлетворительно
12	8	45	94,1	3,2	89,6	11,57	0,37	Удовлетворительно
13	9	46	94,1	3,2	82,5	32	0,36	Удовлетворительно
14	10	14	94,1	3,2	82	40	0,30	Удовлетворительно
15	11	41	94,1	3,2	82,4	18,7	0,62	Удовлетворительно
16			94,1	3,2	83,6	23,5	0,44	Удовлетворительно
17	12	19	94,1	3,2	97	20	0,14	Удовлетворительно
18		38	94,1	3,2	96	20	0,09	Удовлетворительно
19	13	27	94,1	3,2	95	14,3	0,06	Удовлетворительно
20		40	94,1	3,2	94	14,1	0,01	Удовлетворительно
21	14	17	94,1	3,2	97	14,6	0,19	Удовлетворительно
22		40	94,1	3,2	95	14,3	0,06	Удовлетворительно
23	15	11	94,1	3,2	76,4	11,5	1,48	Неудовлетворительно
24		9	94,1	3,2	77,4	11,6	1,39	Неудовлетворительно
25	16	8	94,1	3,2	94,4	10,4	0,03	Удовлетворительно
26		2	94,1	3,2	92,4	35,1	0,05	Удовлетворительно
27	17	16	94,1	3,2	78	21	0,76	Удовлетворительно
28		48	94,1	3,2	73	20	1,04	Неудовлетворительно
29	18	34	94,1	3,2	77,9	23,4	0,69	Удовлетворительно
30	19	5	94,1	3,2	88,5	22,1	0,25	Удовлетворительно
31		18	94,1	3,2	93,8	23,4	0,01	Удовлетворительно

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9
32	20	35	94,1	3,2	83,2	11,4	0,92	Удовлетворительно
33	21	21	94,1	3,2	98,56	9,87	0,43	Удовлетворительно
34		36	94,1	3,2	96,99	9,73	0,28	Удовлетворительно
35		21	94,1	3,2	92,3	12,6	0,14	Удовлетворительно
36		36	94,1	3,2	89,4	12,0	0,38	Удовлетворительно
37	22	44	94,1	3,2	92,54	9,2	0,16	Удовлетворительно
38	23	10	94,1	3,2	92,3	18,5	0,10	Удовлетворительно
39		12	94,1	3,2	89,5	17,9	0,25	Удовлетворительно
40		31	94,1	3,2	81,7	28,6	0,43	Удовлетворительно
41		33	94,1	3,2	87,6	21,9	0,29	Удовлетворительно
42	24	1	94,1	3,2	85,5	8,55	0,94	Удовлетворительно
43		6	94,1	3,2	116,1	11,6	1,83	Неудовлетворительно
44		1	94,1	3,2	92,5	11,1	0,14	Удовлетворительно
45		6	94,1	3,2	121,35	14,55	1,83	Неудовлетворительно
46	25	20	94,1	3,2	72,7	23,2	0,91	Удовлетворительно
47		42	94,1	3,2	79,4	25,4	0,57	Удовлетворительно
48	26	4	94,1	3,2	83,1	11,1	0,95	Удовлетворительно
49	27	13	94,1	3,2	98	17	0,23	Удовлетворительно
50	28	30	94,1	3,2	86	15	0,53	Удовлетворительно
51	29	43	94,1	3,2	79	16	0,93	Удовлетворительно
52		43	94,1	3,2	79	15	0,98	Удовлетворительно
53	30	39	94,1	3,2	97	26	0,11	Удовлетворительно

На рисунке 1 представлена диаграмма, являющиеся графическим отображением оценки результата лаборатории по E_n -индексу. На диаграмме каждый результат представлен с указанием расширенной неопределенности (погрешности) результата измерений, заявленной лабораторией.

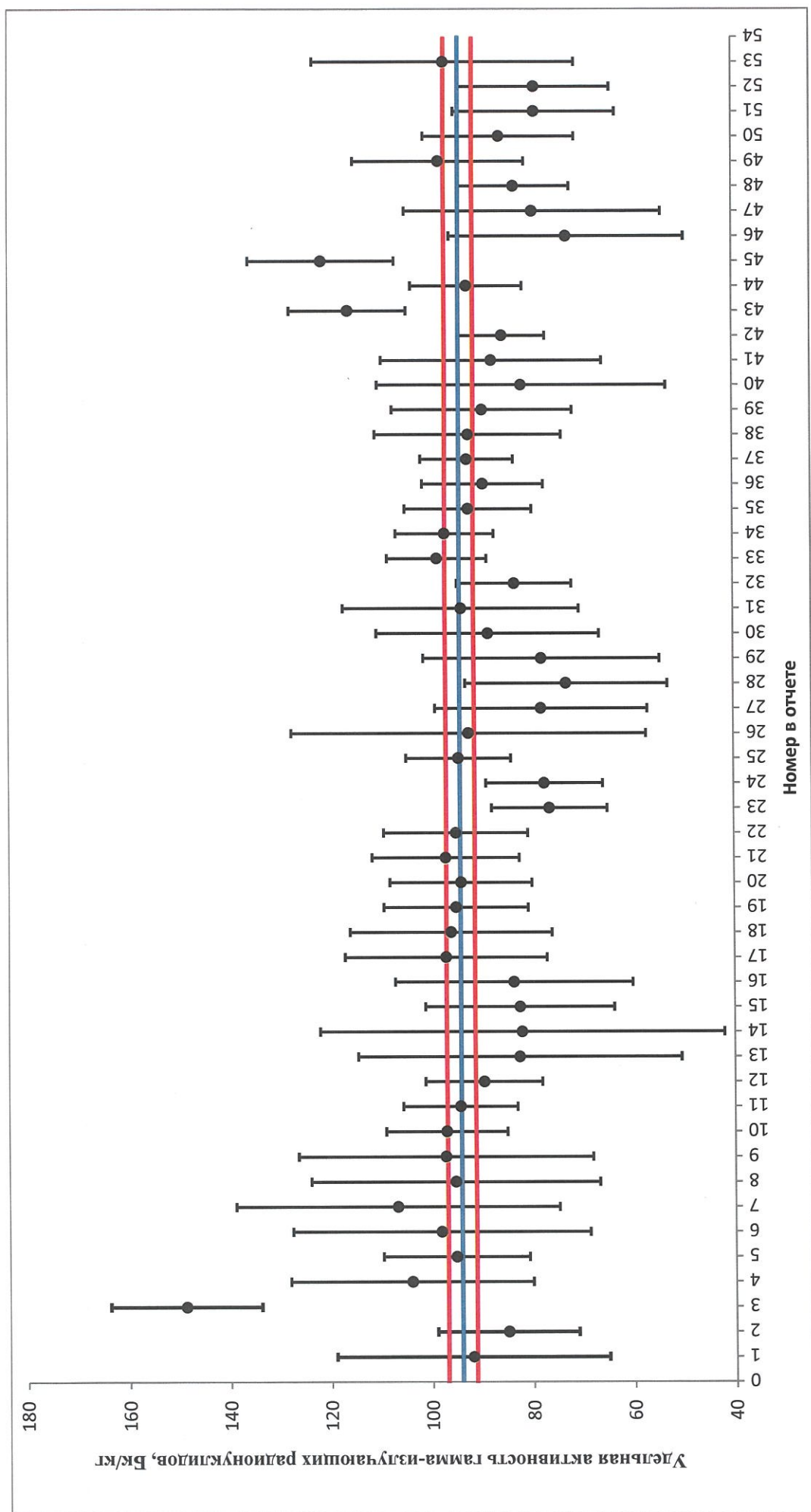


Рисунок 1 Результаты измерений удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах

Центральной линией на диаграммах обозначено приписанное значение ОПК. Интервал, ограниченный красными линиями, – границы расширенной неопределенности приписанного значения ОПК. Результаты измерений, которые удовлетворяют значению критерия $|E_n| \leq 1$, считаются удовлетворительными в границах заявленных неопределенностей (погрешностей).

По результатам МСИ получено 11% неудовлетворительных результата измерений. Неверные результаты получили 4 лаборатории. При этом 2 лаборатории представили только неверные результаты (шифры лабораторий 3 и 15) и еще две лаборатории (шифры 17 и 24) получили 50% удовлетворительных результатов.

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:

$$Z = \frac{X - x}{\sigma(\Delta_d)}, \quad (2)$$

где X – результат измерений;

x – 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 при определении удельной активности удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты расчета Z-индекса при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах

№ в отчете	Шифр лаборатории	Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения результата лаборатории, Бк/кг	Z	Вывод
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	1	17	94,1	3,2	92	27	0,16	Удовлетворительно
2	2	28	94,1	3,2	85	14	1,30	Удовлетворительно
3	3	47	94,1	3,2	148,8	15	7,29	Неудовлетворительно
4	4	22	94,1	3,2	104	24	0,83	Удовлетворительно
5	5	23	94,1	3,2	95,2	14,48	0,15	Удовлетворительно
6	6	49	94,1	3,2	98,1	29,43	0,27	Удовлетворительно
7		50	94,1	3,2	106,8	32,04	0,79	Удовлетворительно
8		17	94,1	3,2	95,3	28,59	0,08	Удовлетворительно
9		26	94,1	3,2	97,2	29,16	0,21	Удовлетворительно
10	7	15	94,1	3,2	97	12	0,48	Удовлетворительно
11		15	94,1	3,2	94,3	11,3	0,04	Удовлетворительно
12	8	45	94,1	3,2	89,6	11,57	0,78	Удовлетворительно
13	9	46	94,1	3,2	82,5	32	0,73	Удовлетворительно
14	10	14	94,1	3,2	82	40	0,61	Удовлетворительно
15	11	41	94,1	3,2	82,4	18,7	1,25	Удовлетворительно
16			94,1	3,2	83,6	23,5	0,89	Удовлетворительно

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9
17	12	19	94,1	3,2	97	20	0,29	Удовлетворительно
18		38	94,1	3,2	96	20	0,19	Удовлетворительно
19	13	27	94,1	3,2	95	14,3	0,13	Удовлетворительно
20		40	94,1	3,2	94	14,1	0,01	Удовлетворительно
21	14	17	94,1	3,2	97	14,6	0,40	Удовлетворительно
22		40	94,1	3,2	95	14,3	0,13	Удовлетворительно
23	15	11	94,1	3,2	76,4	11,5	3,08	Неудовлетворительно
24		9	94,1	3,2	77,4	11,6	2,88	Сомнительно
25	16	8	94,1	3,2	94,4	10,4	0,06	Удовлетворительно
26		2	94,1	3,2	92,4	35,1	0,10	Удовлетворительно
27	17	16	94,1	3,2	78	21	1,53	Удовлетворительно
28		48	94,1	3,2	73	20	2,11	Сомнительно
29	18	34	94,1	3,2	77,9	23,4	1,38	Удовлетворительно
30	19	5	94,1	3,2	88,5	22,1	0,51	Удовлетворительно
31		18	94,1	3,2	93,8	23,4	0,03	Удовлетворительно
32	20	35	94,1	3,2	83,2	11,4	1,91	Удовлетворительно
33	21	21	94,1	3,2	98,56	9,87	0,90	Удовлетворительно
34		36	94,1	3,2	96,99	9,73	0,59	Удовлетворительно
35		21	94,1	3,2	92,3	12,6	0,29	Удовлетворительно
36		36	94,1	3,2	89,4	12,0	0,78	Удовлетворительно
37	22	44	94,1	3,2	92,54	9,2	0,34	Удовлетворительно
38	23	10	94,1	3,2	92,3	18,5	0,19	Удовлетворительно
39		12	94,1	3,2	89,5	17,9	0,51	Удовлетворительно
40		31	94,1	3,2	81,7	28,6	0,87	Удовлетворительно
41		33	94,1	3,2	87,6	21,9	0,59	Удовлетворительно
42	24	1	94,1	3,2	85,5	8,55	2,01	Сомнительно
43		6	94,1	3,2	116,1	11,6	3,79	Неудовлетворительно
44		1	94,1	3,2	92,5	11,1	0,29	Удовлетворительно
45		6	94,1	3,2	121,35	14,55	3,75	Неудовлетворительно
46	25	20	94,1	3,2	72,7	23,2	1,84	Удовлетворительно
47		42	94,1	3,2	79,4	25,4	1,16	Удовлетворительно
48	26	4	94,1	3,2	83,1	11,1	1,98	Удовлетворительно
49	27	13	94,1	3,2	98	17	0,46	Удовлетворительно
50	28	30	94,1	3,2	86	15	1,08	Удовлетворительно
51	29	43	94,1	3,2	79	16	1,89	Удовлетворительно
52		43	94,1	3,2	79	15	2,01	Сомнительно
53	30	39	94,1	3,2	97	26	0,22	Удовлетворительно

По Z-критерию 7,5% результатов неудовлетворительны и еще 5,5% сомнительны. В целом результаты расчета Z-критерия коррелируют с анализом E_n-критерия. Однако результат лаборатории с шифром 24 (номер в

отчете 42), удовлетворительный по E_n -индексу, является сомнительным по Z -индексу.

5. Вывод

Отрицательными или сомнительными признаны 13% результатов измерений (4 лаборатории, представившие результаты). По результатам не выявлено какой-либо закономерности в отношении величины отклонения от приписанного значения, данное отклонение носит случайный характер. Выявить зависимость неудовлетворительных результатов от используемой методики измерения также не представляется возможным, так как все неудовлетворительные результаты измерений были получены с использованием разных методик измерений.

6. 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, 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.

7. Конфиденциальность

Конфиденциальность результатов проведения проверок квалификации обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, разработанным

Провайдером МСИ АО «ВНИИНМ» во исполнение требований п.4.10 ГОСТ ISO/ИТС 17043-2013.

На основании заявления о конфиденциальности идентификация участников и результаты проведенной программы проверки квалификации известны лишь ограниченному кругу персонала Провайдера и предоставляются лабораториям-участникам.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам проведенных МСИ всем участникам были выданы свидетельства об участии.

Все свидетельства в качестве приложения содержат заключение с результатами измерений с указанием критериев их оценки.

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



И.М. Максимова

Ведущий инженер-технолог лаборатории



Е.Е. Лебенкова

Конец отчета