

**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



Руководитель Провайдера МСИ,
заместитель генерального директора
по техническому регулированию,
качеству и метрологии – директор
отделения

А.Ю. Стелюк

ноября 2025 г.

**ОТЧЕТ №532/1184-2025
О ПРОВЕДЕНИИ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
ПОСРЕДСТВОМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТИ АЛЬФА-ИЗЛУЧАЮЩИХ
РАДИОНУКЛИДОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ
(ПРИРОДНЫЕ, СТОЧНЫЕ ВОДЫ)**

П.МСИ.РХКВ-532/010.1-2025

(ОКОНЧАТЕЛЬНЫЙ)

Содержание

Введение	3
1 Определяемые параметры (показатели).....	3
2 Образцы для проверки квалификации.....	3
3 Методы (методики) измерений	4
4 Анализ результатов измерений	5
5 Выводы	8
6 Контактные сведения о Провайдере МСИ.....	9
7 Конфиденциальность	9
Заключение.....	10

Введение

Проведены межлабораторные сличительные испытания (МСИ) по контролю качества измерений удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных средах (природные, сточные воды) в рамках разработанной Провайдером программы П.МСИ.РХКВ-532/010.1-2025.

Всего в МСИ приняли участие 2 измерительные (испытательные) лаборатории (ИЛ).

Программа выполнена в полном объеме и в установленные сроки.

Работы на субподрядной основе по программе не выполнялись.

1 Определяемые параметры (показатели)

Определяемые показатели: удельная активность альфа-излучающих радионуклидов в водных средах.

Образец для проверки квалификации (ОПК): водный раствор.

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

2 Образцы для проверки квалификации

В качестве ОПК при проведении МСИ использовались имитаторы реальных проб (специально изготовленные образцы азотнокислых растворов радионуклидов).

В качестве исходного материала для изготовления ОПК удельной активности альфа-излучающих радионуклидов использовался аттестованный раствор урана с концентрацией 30 г/дм³.

Для приготовления 100 см³ раствора исходный раствор отбирался дозатором вместимостью 5 см³, переносился в калиброванную колбу вместимостью 100 см³ и доводился до метки 0,1 М азотной кислотой.

Материал ОПК был расфасован в полипропиленовые флаконы с герметично закрывающимися крышками. Объем материала во флаконе составлял $\approx 2,2$ см³.

Приписанное значение и расширенная неопределенность приписанного значения при коэффициенте охвата $k=2$, соответствующие доверительным границам суммарной погрешности при $P=0,95$, определялся согласно п. 7.3 ГОСТ Р 50779.60-2017 «Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний» по процедуре приготовления ОПК.

Прослеживаемость приписанного значения ОПК активности альфа-излучающих радионуклидов к Государственному первичному эталону единицы активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016 обеспечивается изготовлением из стандартного образца утвержденного типа с применением калиброванных мер вместимости и поверенных средств измерений.

Однородность ОПК обеспечивалась изготовлением из одного раствора при постоянном перемешивании. Провайдер гарантирует соблюдение однородности ОПК по процедуре изготовления, а также с учетом накопленного опыта. Стабильность ОПК обеспечена использованием изотопов, гарантирующих неизменность метрологических характеристик за время проведения МСИ. Данный подход не противоречит п. 6.1.1 ГОСТ 50779.60-2017.

3 Методы (методики) измерений

Участники МСИ могли использовать любые методы (методики) измерений. В состав использованных методик измерений вошли:

- МИ-РК-10/ПСЛВ Методика измерений суммарной альфа- и бета-активности в пробах природных, питьевых и сточных вод с использованием альфа-бета-радиометра УМФ-2000 ФР.1.38.2019.34984;

- Методика измерения активности альфа-излучающих радионуклидов в тонких радионуклидных источниках и счетных образцах на установке

спектрометрической МКС-01А «МУЛЬТИРАД» с альфа-спектрометрическим трактом «МУЛЬТИРАД-АС» в диапазоне регистрируемых энергий альфа-излучения от 3,5 до 9 мЭв ФР.1.38.2019.32725;

- Руководство по эксплуатации ФВКМ.412121.РЭ. Альфа-бета радиометр для измерения малых активностей УМФ-2000;

- Методика измерения суммарной альфа-активности радионуклидов в счетных образцах с использованием сцинтилляционного альфа-радиометра с программным обеспечением «Прогресс» ФР.1.40.2017.28088.

4 Анализ результатов измерений

Критерии функционирования и использованные методы статистического анализа регламентируются ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для каждой лаборатории была рассчитана величина статистического критерия (E_n) по формуле (п. 9.7 ГОСТ Р 50779.60-2017)

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

где X_i – результат измерения i -ой лаборатории;

x – приписанное значение ОПК;

U_X – заявленное i -й лабораторией значение расширенной неопределенности результата измерения при $k=2$, соответствующее погрешности результата при доверительной вероятности $P=0,95$;

U_x – расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, соответствующая его погрешности 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.

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

На основе результатов измерений вычислялось значение Z -индекса для каждого полученного от лаборатории результата измерений по формуле (п. 9.4 ГОСТ Р 50779.60-2017)

$$Z = \frac{X - C}{\sigma_{pt}}, \quad (2)$$

где X – результат измерений;

C – приписанное значение ОПК для определяемого показателя;

σ_{pt} – стандартное отклонение для оценки квалификации.

За стандартное отклонение для оценки квалификации устанавливается среднее квадратическое отклонение воспроизводимости методик измерений, определяемое как $\sigma_{pt} = \Delta/2$ (п. Е.3 Приложения Е РМГ-103-2010 ГСОЕИ. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний).

Если расширенная неопределенность приписанного значения превышает значения равного $0,3\sigma_{pt}$, то вместо Z – индекса рассчитывается Z' – индекс (п. 9.5 ГОСТ Р 50779.60-2017), рассчитываемый по формуле

$$Z' = \frac{x - X_i}{\sqrt{U_x^2 + \sigma_{pt}^2}}. \quad (3)$$

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

– при $|Z| \leq 2$ качество результатов измерений признают удовлетворительным (сигнал отсутствует);

– при $2 < |Z| \leq 3$ качество результатов измерений признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке (сигнал предупреждения);

– при $|Z| > 3$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным (сигнал действия).

Коэффициенты округляются до второй значащей цифры после запятой.

Качество измерений в лаборатории признается удовлетворительным, если оба коэффициента имеют удовлетворительное значение или статистический критерий является удовлетворительным, а Z -индекс или Z' – сомнительным. В противном случае – качество измерений в лаборатории признается неудовлетворительным.

Результаты расчетов статистического критерия и Z' -индекса представлены в таблицах 1-2.

Таблица 1 – Анализ результатов измерений по статистическому критерию

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Неопределенность (погрешность) результата лаборатории, Бк/кг	$ E_n $	Вывод по $ E_n $
1	1	1	22	9	13	7	0,79	Удовлетворительно
2	2	2	22	9	14,37	2,91	0,81	Удовлетворительно
3	2	2	22	9	12,1	2,6	1,06	Неудовлетворительно
4	2	2	22	9	12,6	2,5	1,01	Неудовлетворительно

По статистическому критерию два результата измерения – удовлетворительны, два результата измерений – неудовлетворительны.

Таблица 2 – Анализ результатов измерений по Z' -индексу

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Неопределенность (погрешность) результата лаборатории, Бк/кг	$ Z' - \text{индекс} $	Вывод по $ Z' $
1	1	1	22	9	13	7	2,57	Сомнительно
2	2	2	22	9	14,37	2,91	0,092	Удовлетворительно
3	2	2	22	9	12,1	2,6	0,12	Удовлетворительно
4	2	2	22	9	12,6	2,5	0,11	Удовлетворительно

По $|Z'$ -индексу| один результат измерения сомнителен, три результата измерений – удовлетворительны.

Графическое представление анализа результатов участников не приводится ввиду малого их количества.

5 Выводы

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний одна лаборатория подтвердила удовлетворительное качество измерений, и еще одна лаборатория предоставила как удовлетворительные, так и неудовлетворительные результаты.

Рекомендации:

- При планировании участия в программе проверки квалификации убедиться в соответствии показателя, который планируется измерять по программе, с показателем, указанным в методике измерений.

- Перед проведением измерений ОПК, по возможности, провести калибровку средства измерения по радионуклиду, указанному в составе ОПК.

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);

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 4;

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 19;

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 12;

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 14.

Руководитель Провайдера МСИ: заместитель генерального директора по техническому регулированию, качеству и метрологии – директор научно-исследовательского метрологического отделения АО «ВНИИНМ» Стелюк Александр Юрьевич, (499)190-89-99 доб. 71-86, AYStelyuk@bochvar.ru. Функции: утверждение документации по программе проверки квалификации.

Координатор Программы – старший научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИНМ» Лебенкова Екатерина Евгеньевна; (499)190-89-99 доб. 80-76, EELebenkova@bochvar.ru. Функции: составление программы проверки квалификации, разработка, изготовление, шифрование и рассылка образцов для проверки квалификации, расчет приписанных значений, написание заданий на измерения, расчет характеристик функционирования, оформление заключений и свидетельств по результатам участия, составление отчета по программе, взаимодействие с участниками программы.

7 Конфиденциальность

Деятельность Провайдера основана на принципах конфиденциальности. Приписанные значения ОПК, результаты испытаний, идентификационный номер ОПК являются строго конфиденциальной информацией, известной только ограниченному кругу лиц-сотрудников Провайдера МСИ. Наименование отдельной лаборатории и результаты ее участия не разглашаются. Без согласования участников результаты участия лабораторий не разглашаются.

Заключение

По результатам МСИ всем участникам выданы свидетельства с приложением заключений, содержащих анализ результатов измерений.

Начальник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля, к.х.н.



И.М. Максимова

28.11.2025

Координатор программы,
старший научный сотрудник
лаборатории метрологического обеспечения
аналитического контроля, к.э.н.



Е.Е. Лебенкова

28.11.2025

Конец отчета