

Государственная корпорация по атомной энергии «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



2020 г.

АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОТЧЕТ №505.532/802-2020

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ  
ИСПЫТАНИЙ В ОРГАНИЗАЦИЯХ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

По программе П.МСИ.РХКП-532/011-2018

«Радиохимический контроль почв (грунтов)»

МОСКВА 2020

## Содержание

ВВЕДЕНИЕ.....	2
Образцы для контроля (ОК).....	2
Анализ методов (методик) измерений и испытаний .....	4
Анализ результатов МСИ.....	6
Выводы.....	17
Заключение .....	18
Контактные сведения о провайдере МСИ.....	19
Конфиденциальность.....	19
Приложение А .....	20

## **ВВЕДЕНИЕ**

Целью межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества радиохимического контроля почв (грунтов), проводимого в организациях и лабораториях Госкорпорации «Росатом».

В МСИ приняли участие 44 организации.

В МСИ реализована параллельная схема проведения, при которой образцы рассылаются в лаборатории одновременно.

### **Образцы для контроля (ОК)**

В качестве ОК при проведении МСИ используются специально изготовленные пробы почвы (грунта). Требования к изготовлению, контролю качества, хранению изложены в ТЗ 505/532.016-2018 от 10.11.18 г. и ТЗ 505/532.017-2018 от 10.11.18 г.

В качестве материала ОК использован речной песок по ГОСТ 22551-77.

В качестве  $\gamma$ -излучающего радионуклида использован изотоп  $^{137}\text{Cs}$ . В качестве альфа-излучающего радионуклида использован изотоп  $^{241}\text{Am}$ , а в качестве бета-излучающих радионуклидов использована смесь изотопов  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{90}\text{Y}$ . Аттестованные характеристики исходных используемых растворов указаны в сертификате калибровки № 210/0132-2019 (Приложение А).

Материалы ОК отбирали в количестве, необходимом для выполнения измерения в соответствии с требованием методик измерения, применяемых в измерительных лабораториях организаций-участниц.

Пробу грунта (песка) помещали на поддон, застеленный фильтровальной бумагой, равномерно распределены по поверхности фильтровальной бумаги и высушивали в сушильном шкафу при температуре 100 – 120 °С до воздушно-сухого состояния. После охлаждения пробу перемешивали и просеивали через сито с ячейкой 2 мм. Оставшиеся фракции размером более 2 мм измельчали в ступке до размеров менее 2 мм и добавляли их к пробе. Затем материал ОК помещали в отдельные

полиэтиленовые емкости с герметичной крышкой. Далее в емкость с почвой добавляли аликвотную часть предварительно подготовленного раствора  $\gamma$ -излучающего радионуклида или раствор, содержащий альфа- и бета-излучающие радионуклиды.

Раствор  $\gamma$ -излучающего радионуклида готовили с использованием образцового радионуклидного раствора (ОРР) в ампулах с активностью  $10^5$  Бк. Раствор радионуклида количественно переносили в мерную колбу  $1000 \text{ см}^3$ .

Раствор, содержащий  $\alpha$ -,  $\beta$ -излучающие радионуклиды, готовили с использованием образцовых радионуклидных растворов (ОРР) в ампулах с активностью  $10^5$  Бк. Раствор каждого радионуклида в объеме  $7 \text{ см}^3$  количественно переносили в мерную колбу объемом  $200 \text{ см}^3$ .

Для приготовления раствора радионуклидов необходимой суммарной активности в колбу на  $100 \text{ см}^3$  переносили по  $10 \text{ см}^3$  заранее приготовленных растворов  $\alpha$ -излучающего радионуклида и  $\beta$ -излучающего радионуклида.

Каждая емкость, содержащая материал ОК была снабжена этикеткой, на которой были указаны наименование Программы МСИ, наименование организации-участницы, шифр ОК, масса ОК, контролируемый параметр.

Аттестация ОК по показателям удельной активности почв (грунтов) проводилась в соответствии с ТЗ на изготовление ОК и СТК 71-2017.

Результаты аттестации ОК с приписанными значениями неопределенности, а так же происхождением и прослеживаемостью неопределенности изложены в отчете о метрологической аттестации образцов для контроля по определению удельной активности гамма-излучающих изотопов и суммарной удельной активности альфа- и бета-излучающих изотопов в почвах (грунтах) № 532/777-2019 от 01.10.2019 г. В результате каждая единица ОК имеет свое индивидуальное аттестованное значение с приписанным значением неопределенности.

Процедура приготовления ОК не предусматривала деления пробы и отбор навесок, о чем участники МСИ были проинформированы заранее.

Количество пробы формировалось индивидуально для каждого участника МСИ.

Стабильность ОК обеспечена природой используемых изотопов, гарантирующих неизменность метрологических характеристик за время проведения МСИ.

Прослеживаемость аттестованного значения обеспечивается применением образцовых мер активности (ОМАСН), представляющих из себя растворы, имеющие статус рабочих эталонов 1 разряда, калиброванных с помощью первичного государственного эталона ГЭТ 6-2016, а так же калиброванных мер вместимости и поверенных средств измерения.

Прослеживаемость аттестованного значения к государственному первичному эталону единицы активности реализована через неразрывную цепь поверок в соответствии с ГОСТ 8.033-96 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Государственная поверочная схема для средств измерений активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников».

#### **Анализ методов (методик) измерений и испытаний**

Перечень методик, которые были использованы для определения суммарной удельной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов:

- МВК №46090.12В05. Методика контроля удельной альфа- и бета-активности почвы, грунта, твердых материалов и производственных отходов;
- Методика измерения суммарной альфа-активности с использованием сцинтилляционного альфа-радиометра с программным обеспечением ПРОГРЕСС;
- Руководство по эксплуатации УМФ-2000 (ФВКМ.412121.001РЭ);
- Методика приготовления счетных образцов проб почвы для измерения активности стронция-90 на бета-спектрометрических комплексах с пакетом программ «ПРОГРЕСС».

- Методика измерения удельной суммарной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов в твёрдых сыпучих пробах с использованием радиометров LB-770 и ПРОГРЕСС-АР;

- Методика измерений активности бета-излучающих радионуклидов радиометрическим методом СТО 26.31.030-2013 (объемная активность стронция-90);

- Методика измерений суммарной активности бета-излучающих радионуклидов с применением радиометра УМФ-2000 в счетных образцах, изготовленных из проб объектов окружающей среды и технологических сред.

Перечень методик, которые были использованы для определения удельной активности  $\gamma$ -излучающих радионуклидов в диапазоне энергий 0,2 – 2,8 МэВ:

- Методика измерений активности гамма-излучающих радионуклидов в счетных образцах с применением полупроводникового гамма-спектрометра CANBERRA с программным обеспечением LabSOCS (ФГУП «ВНИИМ», ООО НТЦ «РАДЭК», 2014);

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

- Методика выполнения измерений активности гамма-излучающих радионуклидов в объемных образцах с помощью гамма-спектрометрического комплекса «Genie-2000»;

- Методика выполнения измерений активности счетных образцов на гамма-спектрометрах МВИ 15.1.7-10;

- Методика выполнения измерений. Измерение содержания гамма-излучающих радионуклидов в образцах на полупроводниковом спектрометре гамма-излучения;

- Методика измерений активности радионуклидов в пробах внешней сред методом полупроводниковой гамма-спектрометрии СТО 26.38.007-2013;
- Методика измерений удельной (объемной) активности радионуклидов в объёмных образцах на гамма-спектрометрах;
- Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного гамма-спектрометра с программным обеспечением ПРОГРЕСС.

### **Анализ результатов МСИ**

Обработка полученных результатов производилась в соответствии с требованиями и с использованием алгоритмов, описанных в «Положение об организации и проведении межлабораторных сличительных испытаний в организациях Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом», а также ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015).

В случае, когда есть уверенность в правильности оценки действительного значения ОК, оценка качества лабораторных измерений проводится сравнением результата лаборатории с действительным значением ОК ( $A \pm \Delta_{OK}$ ). Для каждой лаборатории рассчитывалась величина ( $E_i$ ) (ГОСТ ISO/IEC 17043-2013) по формуле:

$$E_i = \frac{\bar{X}_i - A}{\sqrt{\Delta_{\bar{X}_i}^2 + \Delta_{OK}^2}}$$

Если  $|E_i| \leq 1$ , результат  $i$ -той лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных погрешностей.

Если  $|E_i| > 1$ , результат  $i$ -той лаборатории считается неудовлетворительным.

Результаты расчета статистического критерия  $E_i$  при определении суммарной удельной активности альфа-излучающих изотопов представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Величина статистического критерия при определении суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов

Шифр пробы	$A_\alpha$ , Бк/кг	$\Delta A_\alpha$ , Бк/кг	$X$ , Бк/кг	$\Delta X$ , Бк/кг	$E$	Итог
1	516	69	85,8	24,1	5,88	Неудовлетворительно
2	516	69	386	81	1,22	Неудовлетворительно
3	517	69	400	84	1,08	Неудовлетворительно
4	516	69	389	88	1,14	Неудовлетворительно
6	516	70	2100	800	1,97	Неудовлетворительно
8	513	69	6050	910	6,07	Неудовлетворительно
9	517	69	12300	900	13,05	Неудовлетворительно
10	517	69	105	16	5,51	Неудовлетворительно
11	517	70	114	17	5,58	Неудовлетворительно
13	517	69	2900	800	2,97	Неудовлетворительно
14	516	69	1750	540	2,26	Неудовлетворительно
15	515	69	2434	530	3,59	Неудовлетворительно
23	517	69	1470	250	3,67	Неудовлетворительно
24	517	69	990	190	2,34	Неудовлетворительно
25	517	69	1951,3	341,6	4,12	Неудовлетворительно
26	517	69	1289,66	631,9	1,22	Неудовлетворительно
27	517	69	845	422	0,77	Удовлетворительно
28	516	70	3630	1089	2,85	Неудовлетворительно
29	517	70	2004,7	334,6	4,35	Неудовлетворительно
31	516	70	2024	340	4,34	Неудовлетворительно
32	516	70	179	33	4,35	Неудовлетворительно
33	516	70	7400	1700	4,05	Неудовлетворительно
39	517	69	1952	799	1,79	Неудовлетворительно
40/8	513	69	710	107	1,55	Неудовлетворительно
41/1	516	69	84,7	23,8	5,91	Неудовлетворительно
42/39	517	69	2326	917	1,97	Неудовлетворительно

Результаты расчета статистического критерия  $E_i$  при определении суммарной удельной активности бета-излучающих изотопов представлены в таблице 2.



Таблица 2 – Величина статистического критерия при определении суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов

Шифр пробы	$A_{\beta}$ , Бк/кг	$\Delta A_{\beta}$ , Бк/кг	$X$ , Бк/кг	$\Delta X$ , Бк/кг	$E$	Итог
1	2	3	4	5	6	7
1	510	69	621,9	160,8	0,64	Удовлетворительно
5	511	72	317	80	1,80	Неудовлетворительно
6	510	70	700	210	0,86	Удовлетворительно
8	507	69	1650	200	5,40	Неудовлетворительно
9	511	69	8839	50	97,73	Неудовлетворительно
10	511	69	744	142	1,48	Неудовлетворительно
11	510	70	613	117	0,76	Удовлетворительно
13	511	69	800	250	1,11	Неудовлетворительно
14	510	69	200	81	2,91	Неудовлетворительно
15	509	69	197,8	83,4	2,87	Неудовлетворительно
23	511	69	580	180	0,34	Удовлетворительно
24	511	69	570	170	0,32	Удовлетворительно
25	511	69	206	21,3	4,22	Неудовлетворительно
26	511	69	284,6	139,45	1,46	Неудовлетворительно
27	511	69	503	252	0,03	Удовлетворительно
28	510	70	287,7	115	1,65	Неудовлетворительно
29	511	70	443,5	47	0,80	Удовлетворительно
31	510	70	3,62	0,63	7,23	Неудовлетворительно
32	510	70	226	62	3,04	Неудовлетворительно
33	510	70	740	150	1,39	Неудовлетворительно
36	511	72	614,9	123	0,73	Удовлетворительно
40/36	511	72	697,3	139,5	1,19	Неудовлетворительно
43/1	510	69	541	140,1	0,20	Удовлетворительно
44/27	511	69	272	80	2,26	Неудовлетворительно

Таблица 3 – Величина статистического критерия при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

№ п/п	Шифр пробы	$A_{\gamma}$ , Бк/кг	$\Delta A_{\gamma}$ , Бк/кг	$X$ , Бк/кг	$\Delta X$ , Бк/кг	$E$	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1	1023	32	1035,3	227,8	0,05	Удовлетворительно
2	8	1023	37	908	96	1,12	Неудовлетворительно
3	4	1022	37	990	84	0,35	Удовлетворительно
4	5	1023	37	901,88	135,28	0,86	Удовлетворительно
5	17	1023	37	1093	301	0,23	Удовлетворительно
6	6	1023	37	977,4	293,2	0,16	Удовлетворительно
7	9	1023	37	815,3	146,9	1,37	Неудовлетворительно
8	10	1022	32	789,6	143,3	1,58	Неудовлетворительно
9	7	1023	32	790	316	0,73	Удовлетворительно
10	2	1023	32	938	70	1,10	Неудовлетворительно
11	3	1023	32	1015	76	0,10	Удовлетворительно
12	11	1023	37	1094	110	0,61	Удовлетворительно
13	12	1023	37	960	240	0,26	Удовлетворительно
15	14	1023	37	1050	105	0,24	Удовлетворительно
16	52	1022	32	657	92	3,75	Неудовлетворительно
17	53	1022	32	1175,8	216,6	0,70	Удовлетворительно
18	16	1023	32	1079,4	323,82	0,17	Удовлетворительно
19	15	1023	32	1010	150	0,08	Удовлетворительно
20	21	1023	37	740,4	29,5	5,97	Неудовлетворительно
21	54	1023	32	1140	170	0,68	Удовлетворительно
22	55	1023	32	980	150	0,28	Удовлетворительно
23	18	1023	37	889,3	92,9	1,34	Неудовлетворительно
24	19	1023	37	943,5	98,4	0,76	Удовлетворительно
25	30	1023	37	960	104	0,57	Удовлетворительно
26	20	1023	37	1020	310	0,01	Удовлетворительно
27	22	1023	32	964,7	127	0,45	Удовлетворительно
28	23	1023	37	834	89	1,96	Неудовлетворительно
29	36	1023	37	810	122	1,67	Неудовлетворительно
30	37	1023	37	809	121	1,69	Неудовлетворительно
31	26	1023	37	990	60	0,47	Удовлетворительно
32	29	1023	37	1020	60	0,04	Удовлетворительно
37	31	1023	32	985	207	0,18	Удовлетворительно
38	32	1023	32	989	208	0,16	Удовлетворительно
39	33	1023	32	988	207	0,17	Удовлетворительно
40	34	1023	32	984	207	0,19	Удовлетворительно
41	38	1023	37	990	100	0,31	Удовлетворительно
42	39	1023	37	1000	110	0,20	Удовлетворительно
43	35	1023	37	1032	102	0,08	Удовлетворительно
44	46	1023	37	1033,33	310	0,03	Удовлетворительно
45	56	1023	32	1094	241	0,29	Удовлетворительно
46	57	1023	32	940	235	0,35	Удовлетворительно
47	58	1023	32	859	215	0,75	Удовлетворительно
48	59	1022	32	825	206	0,94	Удовлетворительно
49	40	1023	37	820,1	393,7	0,51	Удовлетворительно

Таблица 3 (Окончание)

1	2	3	4	5	6	7	8
51	41	1023	37	1006,5	211,4	0,08	Удовлетворительно
52	42	1023	37	1097	155	0,46	Удовлетворительно
53	43	1023	37	980,6	105,2	0,38	Удовлетворительно
54	44	1023	37	877,8	93,6	1,44	Неудовлетворительно
55	45	1023	37	982	98	0,39	Удовлетворительно
56	60	1023	32	1100	220	0,35	Удовлетворительно
57	47	1023	37	973	240	0,21	Удовлетворительно
58	49	1023	37	953,8	190,8	0,36	Удовлетворительно
59	51	1023	32	950	90	0,76	Удовлетворительно
61	61	1023	32	990	70	0,43	Удовлетворительно
62	48	1023	37	947	135	0,54	Удовлетворительно
63	54	1023	32	1020	150	0,02	Удовлетворительно
64	55	1023	32	1170	175	0,83	Удовлетворительно
65	48	1023	32	897	134	0,91	Удовлетворительно
66	48	1023	32	862	166	0,95	Удовлетворительно
67	5	1023	37	908,13	136,22	0,81	Удовлетворительно
68	22	1023	32	1010	90,9	0,13	Удовлетворительно
69	8	1023	37	912	58	1,61	Неудовлетворительно
70	1	1023	32	954,4	243,1	0,28	Удовлетворительно
71	7	1023	32	844	338	0,53	Удовлетворительно
72	17	1023	37	1039	286	0,06	Удовлетворительно
73	40	1023	37	926,36	453,9	0,21	Удовлетворительно
74	43	1023	37	807,72	88,08	2,25	Неудовлетворительно
75	49	1023	37	945	189	0,41	Удовлетворительно
76	31	1023	32	976	205	0,23	Удовлетворительно
77	32	1023	32	981	206	0,20	Удовлетворительно
78	33	1023	32	983	206	0,19	Удовлетворительно
79	34	1023	32	962	202	0,30	Удовлетворительно
80	31	1023	32	1033	155	0,06	Удовлетворительно
81	33	1023	32	1005	151	0,12	Удовлетворительно
82	34	1023	32	1099	165	0,45	Удовлетворительно
83	29	1023	37	950	40	1,34	Неудовлетворительно
84	18	1023	37	892,5	93,2	1,30	Неудовлетворительно
85	19	1023	37	947	95,7	0,74	Удовлетворительно
86	18	1023	37	885	97,4	1,32	Неудовлетворительный
87	19	1023	37	939	103,3	0,77	Удовлетворительно
88	9	1023	37	800,7	142,4	1,51	Неудовлетворительно

Поскольку в программе проведения МСИ по контролю активности почв (грунтов) аттестованное значение измеряемой характеристики с приписанным значением погрешности присваивалось для каждого отдельного ОК, было принято решение представить результаты на графиках в относительных значениях.

Центральной линией на графике является значение разницы между аттестованными значениями, в данном случае эта разница равна нулю. Границы погрешности, обозначенные красными линиями – это среднее арифметическое значение погрешностей всех ОК. Далее на график наносили точки со значениями равными разнице между измеренным результатом лаборатории и аттестованным значением определяемой величины ОК. Границы погрешности точки на графике – это погрешность результата измерения лаборатории. Результаты измерений, погрешности которых имеют пересечения с границами погрешности ОК и удовлетворяют значению статистического критерия  $E_i \leq 1$ , считаются удовлетворительными в границах заявленных погрешностей.

На рисунке 1 представлена диаграмма результатов МСИ по определению удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в почвах (грунтах).

;

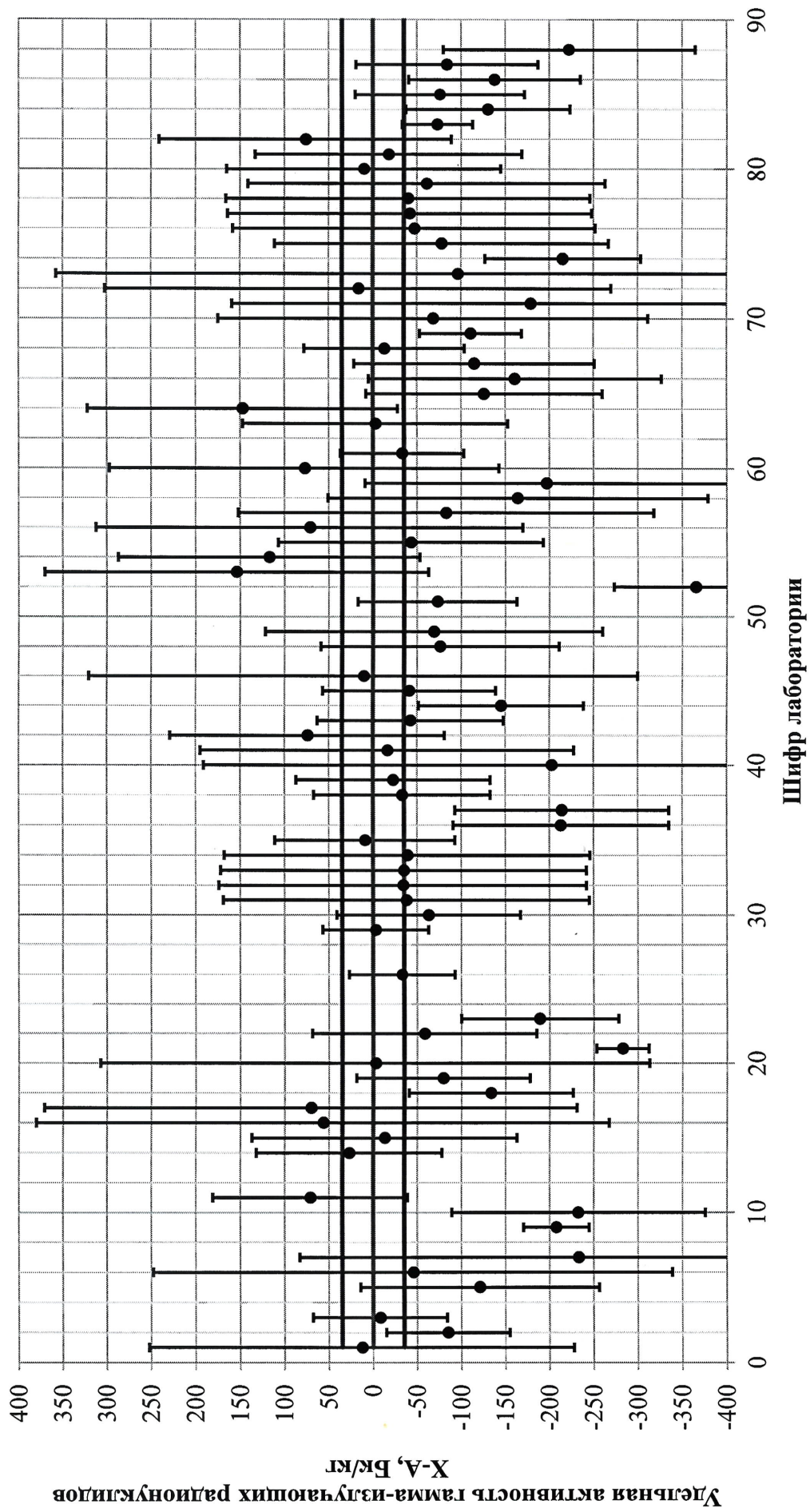


Рис. 1. Результаты МСИ по определению суммарной удельной активности гамма-загрязняющих радионуклидов в почвах (грунтах)

Вторым критерием оценки качества результатов измерений, проведенных лабораторией, на основе единичных результатов измерений является z-индекс.

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

$$Z=(X-A)/\sigma_{pt},$$

где X – результат измерений;

A – аттестованное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma_{pt}$  – среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики измерений, равное  $\Delta/1,96$  (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 суммарной удельной активности альфа- и бета-излучающих изотопов и удельной активности гамма-излучающих изотопов в почвах (грунтах) представлены в таблицах 4 – 6.

Таблица 4 – Величина Z-критерия при определении суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов

Шифр пробы	$A_{\alpha}$ , Бк/кг	$\Delta A_{\alpha}$ , Бк/кг	$X$ , Бк/кг	$\Delta X$ , Бк/кг	Z	Итог
1	2	3	4	5	6	7
1	516	69	85,8	24,1	34,99	Неудовлетворительно
2	516	69	386	81	3,15	Неудовлетворительно
3	517	69	400	84	2,73	Сомнительно
4	516	69	389	88	2,83	Сомнительно
6	516	70	2100	800	3,88	Неудовлетворительно
8	513	69	6050	910	11,93	Неудовлетворительно
9	517	69	12300	900	25,66	Неудовлетворительно
10	517	69	105	16	50,47	Неудовлетворительно
11	517	70	114	17	46,35	Неудовлетворительно
13	517	69	2900	800	5,84	Неудовлетворительно
14	516	69	1750	540	4,48	Неудовлетворительно
15	515	69	2434	530	7,10	Неудовлетворительно
23	517	69	1470	250	7,47	Неудовлетворительно
24	517	69	990	190	4,88	Неудовлетворительно
25	517	69	1951,3	341,6	8,23	Неудовлетворительно
26	517	69	1289,66	631,9	2,40	Сомнительно
27	517	69	845	422	1,52	Удовлетворительно
28	516	70	3630	1089	5,60	Неудовлетворительно
29	517	70	2004,7	334,6	8,71	Неудовлетворительно
31	516	70	2024	340	8,69	Неудовлетворительно
32	516	70	179	33	20,02	Неудовлетворительно
33	516	70	7400	1700	7,94	Неудовлетворительно
39	517	69	1952	799	3,52	Неудовлетворительно
40/8	513	69	710	107	3,61	Неудовлетворительно
41/1	516	69	84,7	23,8	35,52	Неудовлетворительно
42/39	517	69	2326	917	3,87	Неудовлетворительно

Таблица 5 - Величина Z-критерия при определении суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов

Шифр пробы	A <sub>β</sub> , Бк/кг	ΔA <sub>β</sub> , Бк/кг	X, Бк/кг	ΔX, Бк/кг	Z	Итог
1	2	3	4	5	6	7
1	510	69	621,9	160,8	1,36	Удовлетворительно
5	511	72	317	80	4,75	Неудовлетворительно
6	510	70	700	210	1,77	Удовлетворительно
8	507	69	1650	200	11,20	Неудовлетворительно
9	511	69	8839	50	326,46	Неудовлетворительно
10	511	69	744	142	3,22	Неудовлетворительно
11	510	70	613	117	1,73	Удовлетворительно
13	511	69	800	250	2,27	Сомнительный
14	510	69	200	81	7,50	Неудовлетворительно
15	509	69	197,8	83,4	7,31	Неудовлетворительно
23	511	69	580	180	0,75	Удовлетворительно
24	511	69	570	170	0,68	Удовлетворительно
25	511	69	206	21,3	28,07	Неудовлетворительно
26	511	69	284,6	139,45	3,18	Неудовлетворительно
27	511	69	503	252	0,06	Удовлетворительно
28	510	70	287,7	115	3,79	Неудовлетворительно
29	511	70	443,5	47	2,81	Сомнительный
31	510	70	3,62	0,63	15,75	Неудовлетворительно
32	510	70	226	62	8,98	Неудовлетворительно
33	510	70	740	150	3,01	Неудовлетворительно
36	511	72	614,9	123	1,66	Удовлетворительно
40/36	511	72	697,3	139,5	2,62	Сомнительный
43/1	510	69	541	140,1	0,43	Удовлетворительно
44/27	511	69	272	80	5,86	Неудовлетворительно

Таблица 6 – Величина Z-критерия при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

№ п/п	Шифр пробы	A <sub>γ</sub> , Бк/кг	ΔA <sub>γ</sub> , Бк/кг	X, Бк/кг	ΔX, Бк/кг	Z	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1	1023	32	1035,3	227,8	0,11	Удовлетворительно
2	8	1023	37	908	96	2,35	Сомнительный
3	4	1022	37	990	84	0,75	Удовлетворительно
4	5	1023	37	901,88	135,28	1,75	Удовлетворительно
5	17	1023	37	1093	301	0,45	Удовлетворительно
6	6	1023	37	977,4	293,2	0,30	Удовлетворительно
7	9	1023	37	815,3	146,9	2,77	Сомнительный
8	10	1022	32	789,6	143,3	3,18	Неудовлетворительно
9	7	1023	32	790	316	1,45	Удовлетворительно
10	2	1023	32	938	70	2,38	Сомнительный
11	3	1023	32	1015	76	0,21	Удовлетворительно
12	11	1023	37	1094	110	1,27	Удовлетворительно



Таблица 3 (Продолжение)

1	2	3	4	5	6	7	8
13	12	1023	37	960	240	0,51	Удовлетворительно
15	14	1023	37	1050	105	0,50	Удовлетворительно
16	52	1022	32	657	92	7,78	Неудовлетворительно
17	53	1022	32	1175,8	216,6	1,39	Удовлетворительно
18	16	1023	32	1079,4	323,82	0,34	Удовлетворительно
19	15	1023	32	1010	150	0,17	Удовлетворительно
20	21	1023	37	740,4	29,5	18,78	Неудовлетворительно
21	54	1023	32	1140	170	1,35	Удовлетворительно
22	55	1023	32	980	150	0,56	Удовлетворительно
23	18	1023	37	889,3	92,9	2,82	Сомнительный
24	19	1023	37	943,5	98,4	1,58	Удовлетворительно
25	30	1023	37	960	104	1,19	Удовлетворительно
26	20	1023	37	1020	310	0,02	Удовлетворительно
27	22	1023	32	964,7	127	0,90	Удовлетворительно
28	23	1023	37	834	89	4,16	Неудовлетворительно
29	36	1023	37	810	122	3,42	Неудовлетворительно
30	37	1023	37	809	121	3,47	Неудовлетворительно
31	26	1023	37	990	60	1,08	Удовлетворительно
32	29	1023	37	1020	60	0,10	Удовлетворительно
37	31	1023	32	985	207	0,36	Удовлетворительно
38	32	1023	32	989	208	0,32	Удовлетворительно
39	33	1023	32	988	207	0,33	Удовлетворительно
40	34	1023	32	984	207	0,37	Удовлетворительно
41	38	1023	37	990	100	0,67	Удовлетворительно
42	39	1023	37	1000	110	0,41	Удовлетворительно
43	35	1023	37	1032	102	0,17	Удовлетворительно
44	46	1023	37	1033,33	310	0,07	Удовлетворительно
45	56	1023	32	1094	241	0,58	Удовлетворительно
46	57	1023	32	940	235	0,69	Удовлетворительно
47	58	1023	32	859	215	1,50	Удовлетворительно
48	59	1022	32	825	206	1,87	Удовлетворительно
49	40	1023	37	820,1	393,7	1,01	Удовлетворительно
51	41	1023	37	1006,5	211,4	0,15	Удовлетворительно
52	42	1023	37	1097	155	0,94	Удовлетворительно
53	43	1023	37	980,6	105,2	0,79	Удовлетворительно
54	44	1023	37	877,8	93,6	3,04	Неудовлетворительно
55	45	1023	37	982	98	0,82	Удовлетворительно
56	60	1023	32	1100	220	0,67	Удовлетворительно
57	47	1023	37	973	240	0,41	Удовлетворительно
58	49	1023	37	953,8	190,8	0,71	Удовлетворительно
59	51	1023	32	950	90	1,59	Удовлетворительно
61	61	1023	32	990	70	0,92	Удовлетворительно
62	48	1023	37	947	135	1,10	Удовлетворительно
63	54	1023	32	1020	150	0,04	Удовлетворительно
64	55	1023	32	1170	175	1,65	Удовлетворительно
65	48	1023	32	897	134	1,84	Удовлетворительно
66	48	1023	32	862	166	1,90	Удовлетворительно
67	5	1023	37	908,13	136,22	1,65	Удовлетворительно

Таблица 3 (Окончание)

1	2	3	4	5	6	7	8
68	22	1023	32	1010	90,9	0,28	Удовлетворительно
69	8	1023	37	912	58	3,75	Неудовлетворительно
70	1	1023	32	954,4	243,1	0,55	Удовлетворительно
71	7	1023	32	844	338	1,04	Удовлетворительно
72	17	1023	37	1039	286	0,11	Удовлетворительно
73	40	1023	37	926,36	453,9	0,42	Удовлетворительно
74	43	1023	37	807,72	88,08	4,79	Неудовлетворительно
75	49	1023	37	945	189	0,81	Удовлетворительно
76	31	1023	32	976	205	0,45	Удовлетворительно
77	32	1023	32	981	206	0,40	Удовлетворительно
78	33	1023	32	983	206	0,38	Удовлетворительно
79	34	1023	32	962	202	0,59	Удовлетворительно
80	31	1023	32	1033	155	0,13	Удовлетворительно
81	33	1023	32	1005	151	0,23	Удовлетворительно
82	34	1023	32	1099	165	0,90	Удовлетворительно
83	29	1023	37	950	40	3,58	Неудовлетворительно
84	18	1023	37	892,5	93,2	2,74	Сомнительный
85	19	1023	37	947	95,7	1,56	Удовлетворительно
86	18	1023	37	885	97,4	2,78	Сомнительный
87	19	1023	37	939	103,3	1,59	Удовлетворительно
88	9	1023	37	800,7	142,4	3,06	Неудовлетворительно

## Выводы

Оценка результатов исследования суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов с помощью статистического критерия показала, что только одна лаборатория подтвердила качество измерений в интервале заявленной погрешности.

Восемь результатов оказались заниженными, что составляет 31 % от общего числа проведенных исследований, остальные результаты завышенные, в том числе и результат лаборатории, подтвердившей качество своих измерений. Результаты № 2, 3, 4 принадлежат одной лаборатории и наиболее близки к аттестованному значению ОК, однако заявленная величина погрешности 20 % не позволила лаборатории получить удовлетворительное значение статистического критерия, в то время как погрешность заявленная у результата № 27 составляет более 50 %.

Оценка результатов исследования при измерении суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов по статистическому критерию показала, что положительными признаны 9 результатов, что составляет 37,5 %. Сильно заниженных результатов – 9, сильно завышенных (активностью более 1000 Бк/кг) – 2.

Оценка результатов исследований при измерении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов по статистическому критерию показала, что из 81 измерения 17 имеют неудовлетворительные значения, что составляет 21 %.

Оценка качества измерений суммарной удельной активности альфа- и бета-излучающих радионуклидов с помощью Z-индекса коррелируется с оценкой по статистическому критерию.

Результат определения Z-индекса при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов показал, что неудовлетворительными являются 11 значений, что составляет 13,5 %, сомнительных – 5, что составляет 6 % от общего числа проведенных измерений.

Подобное отличие от данных полученных при расчете статистического критерия также определяются двумя факторами: точностью измерения и приписанным значением погрешности измерения.

## **Заключение**

По результатам проведенных МСИ, всем участникам были выданы свидетельства об участии, утвержденные Главным метрологом Госкорпорации «Росатом». Все свидетельства в качестве приложения содержат заключение с результатами измерений с указанием критериев их оценки.

## Контактные сведения о провайдере МСИ

Провайдер МСИ (АО «ВНИИИМ»), аккредитованный в национальной системе аккредитации (Аттестат аккредитации RA.RU.430166 от 24.10.2016).; 123060, Москва, а/я 369, АО «ВНИИИМ»; Тел./факс: 8 (499) 190-23-25

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

Координатор программы – Начальник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИИМ» Максимова И.М.

## Конфиденциальность

Конфиденциальность обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2019, 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 (директор отделения, начальник СП, проводящего МСИ и координатор МСИ).

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

И.М. Максимова

Ст. научный сотрудник лаборатории  
метрологического обеспечения  
аналитического контроля, к.т.н.

К.Н. Елистратова

Ведущий инженер лаборатории  
метрологического обеспечения  
аналитического контроля

О.Н. Рогожина

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»  
(ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
Факс: +7 (812) 713-01-14, телефон: +7 (812) 251-76-01, e-mail: info@vniim.ru, http://www.vniim.ru

Регистрационный номер в реестре аккредитованных лиц RA-RU.311541

# СЕРТИФИКАТ КАЛИБРОВКИ



RU 01 № 210/0132-2019

Стр. 1 из 2

Дата калибровки	16.05.2019 - 23.05.2019
Объект калибровки	Этадонные растворы радионуклидов кобальта-60, стронция-90, цезия-137 и америция-241 в виалах №1/132, №2/132, №3/132, №4/132, №5/132, №6/132, №7/132, №8/132
Заказчик	ЗАО "РИТВЕРЦ" 194223, г. Санкт-Петербург, ул. Курчатова, д. 10
Метод калибровки	Методика калибровки растворов радионуклидов по удельной активности методом 4πβ-γ-совпадений: СК-03Т-РП-Отд. №210-06-02-2008

Руководитель лаборатории

  
И.В.Алексеев

Дата выдачи 23.05.2019



серия Р № 017557

Калибровка выполнена с помощью

Эталонная установка УЭА-3 из состава государственного первичного эталона единиц активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников ГЭТ 6-2016.

Условия калибровки

Температура: 23 °С;  
Относительная влажность: 46 %;  
Атмосферное давление: 101,1 кПа;  
Фон излучения – 0,15 мкЗв/ч.

**Метрологические характеристики растворов**  
Результаты измерений на 23 мая 2019 г.

Радионуклид	Номер виалы	Масса раствора в виале, г	Удельная активность радионуклида в растворе, кБк/г	Активность радионуклида, кБк	Расширенная неопределённость для k=2, %
<sup>60</sup> Co	Виала№1/132	4.99	20.4	101.5	3
	Виала№2/132	5.00	20.4	101.8	3
<sup>90</sup> Sr+ <sup>90</sup> Y	Виала№3/132	5.00	20.4	102.2	3
	Виала№4/132	5.00	20.4	102.2	3
<sup>137</sup> Cs	Виала№5/132	5.00	19.6	97.7	3
	Виала№6/132	5.00	19.6	97.7	3
<sup>241</sup> Am	Виала№7/132	5.00	20.8	104.0	3
	Виала№8/132	4.98	20.8	103.5	3

Примечание 1. Метрологические характеристики эталонных растворов, приведённые в таблице, действительны при хранении раствора в герметично закрытом флаконе.


**Заключение**

Метрологические характеристики растворов радионуклидов, указанные в данном Сертификате калибровки RU 01 210/0132-2019, соответствуют требованиям поверочной схемы для средств измерений активности радионуклидов ГОСТ 8.033-96, предъявляемым к рабочим эталонам 1-разряда единицы активности радионуклидов.

**Дополнительная информация**

1. Расширенная неопределённость получена путём умножения стандартной неопределённости на коэффициент охвата k = 2, соответствующего уровню доверия приблизительно равному 95 % при допущении нормального распределения. Оценивание неопределённости проведено в соответствии с ГОСТ Р 54500.3-2011 «Неопределённость измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределённости измерения»

Подпись лица, выполнившего калибровку

 С.В. Сэпман  
 Г.В. Жуков

23.05.2019