



ВНИИНМ  
РОСАТОМ

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

2021 г.



**ОТЧЕТ №532/858-2021**

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ  
ИСПЫТАНИЯХ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ  
АКТИВНОСТИ АЛЬФА-ИЗЛУЧАЮЩИХ РАДИОНУКЛИДОВ В ВОДНЫХ  
РАСТВОРАХ В ОРГАНИЗАЦИЯХ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»  
ПО ПРОГРАММЕ П.МСИ.УАА-532/028-2021

МОСКВА 2021

## Содержание

ВВЕДЕНИЕ .....	3
1. Определяемые показатели.....	3
2. Изготовление и аттестация образцов для контроля (ОК) .....	3
3. Анализ методов (методик) измерений и испытаний .....	4
4. Анализ результатов МСИ.....	5
4.1 Оценка результатов исследования по статистическому критерию.....	5
4.2 Оценка результатов исследования по Z-индексу.....	10
5. Вывод.....	12
6. Контактные сведения о провайдере МСИ .....	13
7. Конфиденциальность .....	13
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	14

## **ВВЕДЕНИЕ**

Настоящий отчет составлен по итогам проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) по программе П.МСИ.УАА-532/028-2021.

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

В МСИ по контролю качества измерений удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных растворах приняли участие 25 лаборатории организаций, входящих в различные дивизионы Госкорпорации.

### **1. Определяемые показатели**

Объект измерения: удельная активность альфа-излучающих радионуклидов в водных растворах.

Диапазон измерений: от 1,0 до 150 Бк/кг

### **2. Изготовление и аттестация образцов для контроля (ОК)**

В качестве ОК при проведении МСИ использован азотнокислый раствор, содержащий  $\alpha$ -излучающий радионуклид  $^{241}\text{Am}$  суммарной удельной активностью в диапазоне (от 1,0 до 150 Бк/кг).

Изготовление ОК проводилось специалистами АО «ВНИИНМ» в соответствии с Техническим заданием № 505/532.49-2021.

Требования к изготовлению, контролю качества, хранению ОК изложены в ТЗ № 505/532.49-2021.

Однородность ОК обеспечивалась процедурой приготовления всех экземпляров из одного раствора.

В качестве базового раствора, на основании которого изготавливали ОК для программы, был взят ранее изготовленный (ТЗ 505/532/015-2018) и аттестованный (протокол аттестации от 01.10.2019 г. № 532/776-2019)

раствор альфа-излучающего радионуклида  $^{241}\text{Am}$  с удельной активностью  $(517 \pm 16)$  Бк/см<sup>3</sup>.

Раствор радионуклида пипеткой объемом 10 см<sup>3</sup> перенесли в мерную колбу объемом 100 см<sup>3</sup>, далее объем в колбе довели до метки 0,1 М раствором азотной кислоты и тщательно перемешали. Далее пипеткой объемом 1 см<sup>3</sup> растворы переносили в транспортировочные флаконы.

Аттестованное значение ОК при определении удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных средах составило  $(51,7 \pm 1,9)$  Бк/кг (протокол аттестации № 532/834-2021 от 11.10.2021 г.).

### 3. Анализ методов (методик) измерений и испытаний

В перечень методик, используемых для определения альфа-излучающих радионуклидов в водных средах, вошли:

- МВИ 15.4.2-16 «Методика измерений альфа-излучающих радионуклидов в счетных образцах на радиометрических установках»,

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

- «Методика измерений активности и идентификации альфа- и бета-излучающих радионуклидов в водных и твердых пробах сложного состава, отобранных из природных и технологических систем, с использованием ЖСС Quantulus 1220»,

- «Альфа- и бета-излучающие радионуклиды. Методика измерений объемной активности в пробах воды»,

- «Альфа-спектрометрический метод анализа. Методика измерений активности и определения состава альфа-излучающих радионуклидов в веществах»,

- «Методика выполнения измерений суммарной альфа- и бета-активности водных проб радиометром УМФ-2000»,



- РД 95 10392-2005 «Сточные воды промышленных предприятий. Методы определения объемной активности альфа-излучающих нуклидов»,

- МИ-14-10 «Определение активности альфа-излучающих радионуклидов в счетных образцах технологических проб и проб объектов окружающей среды»,

- «Суммарная активность альфа- и бета-излучающих радионуклидов в природных водах (пресных и минерализованных). Подготовка проб и выполнение измерений»,

- «Методика измерений суммарной объемной (удельной) активности альфа-излучающих и бета-излучающих радионуклидов в питьевой воде, воде водоисточника и природных водах с помощью альфа-бета радиометров»,

- Методика измерения суммарной альфа- и суммарной бета-активности радионуклидов в толстослойных счетных образцах с использованием альфа-бета-радиометра РКС-01А «Абелия».

Для проведения измерений могли быть использованы любые методики измерений.

#### **4. Анализ результатов МСИ**

##### **4.1 Оценка результатов исследования по статистическому критерию**

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 ИСО 5725-2002.

В случае, когда есть уверенность в правильности оценки действительного значения ОК, оценка качества лабораторных измерений проводится сравнением результата лаборатории с действительным (аттестованным) значением ОК.

Для каждой лаборатории рассчитывалась величина критерия ( $E_i$ ) (ИСО/МЭК 43-1:1997) по формуле:

$$E_i = \frac{\bar{X}_i - A}{\sqrt{\Delta_{\bar{X}_i}^2 + \Delta_{OK}^2}}, \quad (1)$$

где  $\bar{X}_i$  – результат измерения  $i$ -ой лаборатории,

$A$  – аттестованное значение ОК,

$\Delta_{\bar{X}_i}$  – заявленное  $i$ -й лабораторией значение характеристики погрешности результата измерения,

$\Delta_{OK}$  – погрешность аттестованного значения ОК.

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 удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных растворах представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты расчета статистического критерия при определении удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных растворах

№ в отчете	Шифр лаборатории	Шифр ОК	Аттестованное значение $A$ , Бк/кг	Погрешность аттестованного значения $\Delta_A$ , Бк/кг	Результат лаборатории $X$ , Бк/кг	Погрешность результата лаборатории $\Delta_X$ , Бк/кг	$E_i$	Вывод
1	1		51,7	1,9	40	7	1,61	Неудовлетворительно
2			51,7	1,9	39	7	1,75	Неудовлетворительно
3	2		51,7	1,9	35	5	3,12	Неудовлетворительно
4	3	36	51,7	1,9	63,78	13,96	0,86	Удовлетворительно
5		27	51,7	1,9	66,11	14,30	0,999	Удовлетворительно
6	4	24	51,7	1,9	47	14	0,33	Удовлетворительно
7		11	51,7	1,9	48	15	0,24	Удовлетворительно
8		32	51,7	1,9	50	16	0,11	Удовлетворительно



Продолжение таблицы 1

9	5	7	51,7	1,9	46	8	0,69	Удовлетворительно
10		16	51,7	1,9	49	8	0,33	Удовлетворительно
11	6	17	51,7	1,9	47,6	16,7	0,24	Удовлетворительно
12		19	51,7	1,9	42,9	15,0	0,58	Удовлетворительно
13	7	1	51,7	1,9	6,4	1,9	16,86	Неудовлетворительно
14		25	51,7	1,9	5,8	1,7	18,00	Неудовлетворительно
15		1	51,7	1,9	6,0	1,8	17,46	Неудовлетворительно
16		25	51,7	1,9	6,2	1,9	16,93	Неудовлетворительно
17	8	44	51,7	1,9	45	8	0,81	Удовлетворительно
18		44	51,7	1,9	42	21	0,46	Удовлетворительно
19		44	51,7	1,9	45	7	0,92	Удовлетворительно
20	9	41	51,7	1,9	46,74	9,23	0,53	Удовлетворительно
21		38	51,7	1,9	48,94	9,65	0,28	Удовлетворительно
22		45	51,7	1,9	47,57	8,96	0,45	Удовлетворительно
23		43	51,7	1,9	49,68	9,33	0,21	Удовлетворительно
24	10	4	51,7	1,9	5,217	1,115	21,10	Неудовлетворительно
25	11	20	51,7	1,9	28	7	3,27	Неудовлетворительно
26		23	51,7	1,9	34	8	2,15	Неудовлетворительно
27	12	6	51,7	1,9	59,9	12,0	0,67	Удовлетворительно
28		6	51,7	1,9	70,3	14,1	1,31	Неудовлетворительно
29		14	51,7	1,9	57,7	11,5	0,51	Удовлетворительно
30		14	51,7	1,9	69,5	13,9	1,27	Неудовлетворительно
31	13	12	51,7	1,9	49,4	7,9	0,28	Удовлетворительно
32	14	46	51,7	1,9	28,5	12,0	1,91	Неудовлетворительно
33	15	18	51,7	1,9	51,40	17,99	0,02	Удовлетворительно
34		22	51,7	1,9	51,17	17,91	0,03	Удовлетворительно
35		13	51,7	1,9	55,54	19,44	0,20	Удовлетворительно
36		26	51,7	1,9	55,28	17,53	0,20	Удовлетворительно
37	16	8	51,7	1,9	52	15	0,02	Удовлетворительно
38		39	51,7	1,9	51	15	0,05	Удовлетворительно
39		30	51,7	1,9	50	15	0,11	Удовлетворительно
40		48	51,7	1,9	46	14	0,40	Удовлетворительно
41	17	15	51,7	1,9	57,00	22,81	0,23	Удовлетворительно
42	18	5	51,7	1,9	57	13	0,40	Удовлетворительно
43	19	42	51,7	1,9	61	18	0,51	Удовлетворительно
44	20	28	51,7	1,9	47,1	16,5	0,28	Удовлетворительно
45		31	51,7	1,9	56,7	19,8	0,25	Удовлетворительно
46		37	51,7	1,9	50,6	25,6	0,04	Удовлетворительно
47		47	51,7	1,9	49,2	20,6	0,12	Удовлетворительно
48	21	10	51,7	1,9	46,20	23,1	0,24	Удовлетворительно
49	22	9	51,7	1,9	49,2	13,7	0,18	Удовлетворительно
50		50	51,7	1,9	49,9	13,9	0,13	Удовлетворительно
51		2	51,7	1,9	55,1	17,6	0,19	Удовлетворительно
52		21	51,7	1,9	55,8	17,9	0,23	Удовлетворительно
53	23	3	51,7	1,9	57	20	0,26	Удовлетворительно
54	24	33	51,7	1,9	46,9	7,1	0,65	Удовлетворительно
55	25	54	51,7	1,9	46,6	14	0,36	Удовлетворительно
56		53	51,7	1,9	43,2	14	0,60	Удовлетворительно

На рисунке 1 представлена диаграмма, являющиеся графическим отображением оценки результата лаборатории по статистическому критерию. На диаграмме каждый результат представлен с указанием границ погрешности измерения, указанной лабораторией.

Центральной линией на диаграммах обозначено аттестованное значение ОК, интервал, ограниченный красными линиями, – границы погрешности аттестованного значения ОК. 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.

По результатам МСИ получено 23% неудовлетворительных результата измерений. При этом 6 лабораторий представили только неверные результаты (номера в отчете 1, 2, 3, 13, 14, 15, 16, 24, 25, 30, 32). Одна лаборатория (номера в отчете 26, 27, 28, 29) получила 50% удовлетворительных результатов, при этом для измерений использовались 2 разных прибора, что может говорить о неудовлетворительных настройках одного из средств измерений.



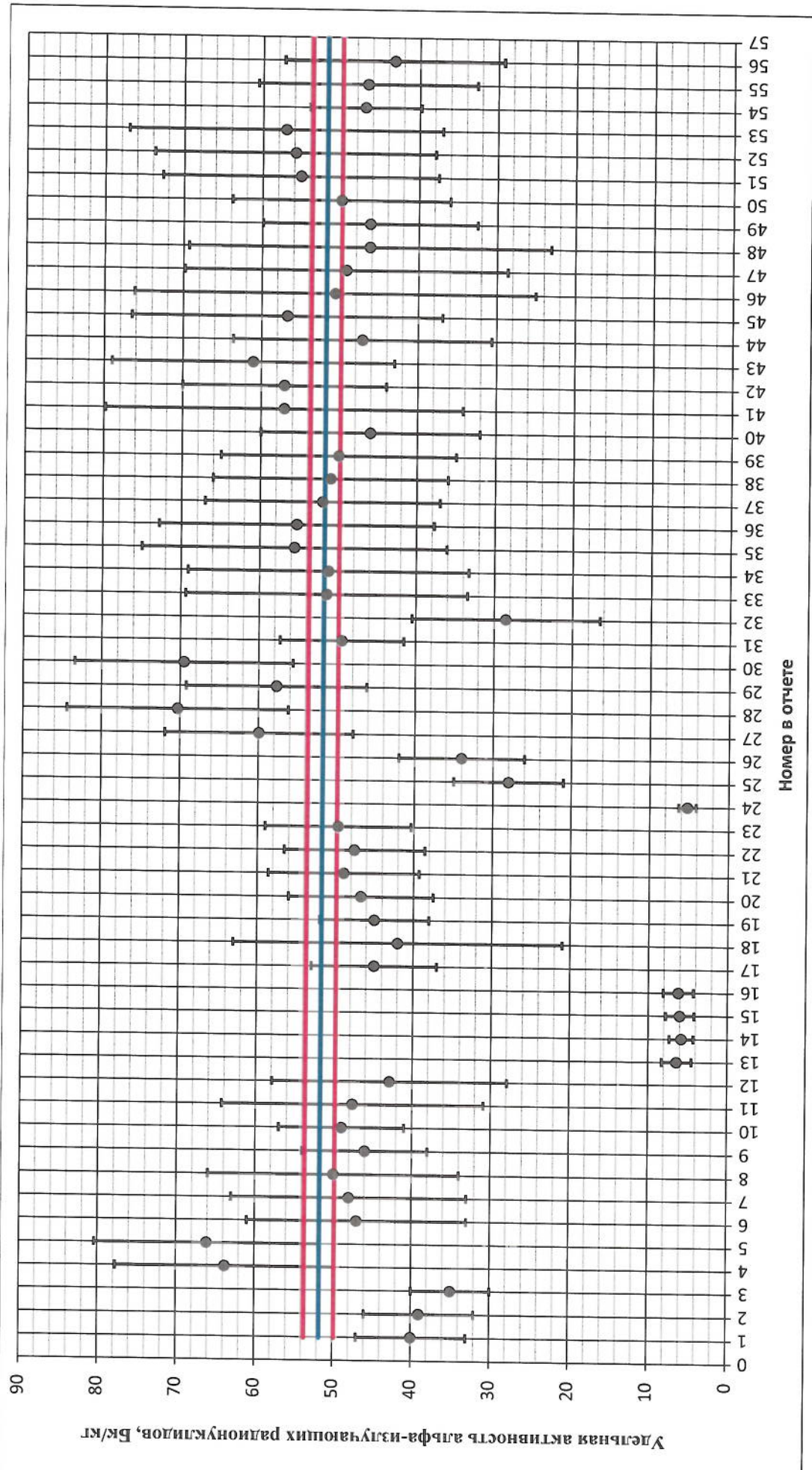


Рисунок 1 Результаты измерений удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных растворах

## 4.2 Оценка результатов исследования по Z-индексу

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

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

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

где X – результат измерений;

A – аттестованное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$  – 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 удельной активности удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных средах представлены в таблице 2.



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

№ в отчете	Шифр лаборатории	Шифр ОК	Аттестованное значение А, Бк/кг	Погрешность аттестованного значения $\Delta_A$ , Бк/кг	Результат лаборатории X, Бк/кг	Погрешность результата лаборатории $\Delta_X$ , Бк/кг	$Z_i$	Вывод
1	1		51,7	1,9	40	7	3,28	Неудовлетворительно
2			51,7	1,9	39	7	3,56	Неудовлетворительно
3	2		51,7	1,9	35	5	6,55	Неудовлетворительно
4	3	36	51,7	1,9	63,78	13,96	1,70	Удовлетворительно
5		27	51,7	1,9	66,11	14,30	1,98	Удовлетворительно
6	4	24	51,7	1,9	47	14	0,66	Удовлетворительно
7		11	51,7	1,9	48	15	0,48	Удовлетворительно
8	5	32	51,7	1,9	50	16	0,21	Удовлетворительно
9		7	51,7	1,9	46	8	1,40	Удовлетворительно
10	6	16	51,7	1,9	49	8	0,66	Удовлетворительно
11		17	51,7	1,9	47,6	16,7	0,48	Удовлетворительно
12	7	19	51,7	1,9	42,9	15,0	1,15	Удовлетворительно
13		1	51,7	1,9	6,4	1,9	46,73	Неудовлетворительно
14	8	25	51,7	1,9	5,8	1,7	52,92	Неудовлетворительно
15		1	51,7	1,9	6,0	1,8	49,76	Неудовлетворительно
16	9	25	51,7	1,9	6,2	1,9	46,94	Неудовлетворительно
17		44	51,7	1,9	45	8	1,64	Удовлетворительно
18	10	44	51,7	1,9	42	21	0,91	Удовлетворительно
19		44	51,7	1,9	45	7	1,88	Удовлетворительно
20	11	41	51,7	1,9	46,74	9,23	1,05	Удовлетворительно
21		38	51,7	1,9	48,94	9,65	0,56	Удовлетворительно
22	12	45	51,7	1,9	47,57	8,96	0,90	Удовлетворительно
23		43	51,7	1,9	49,68	9,33	0,42	Удовлетворительно
24	13	4	51,7	1,9	5,217	1,115	81,71	Неудовлетворительно
25		20	51,7	1,9	28	7	6,64	Неудовлетворительно
26	14	23	51,7	1,9	34	8	4,34	Неудовлетворительно
27		6	51,7	1,9	59,9	12,0	1,34	Удовлетворительно
28	15	6	51,7	1,9	70,3	14,1	2,59	Сомнительно
29		14	51,7	1,9	57,7	11,5	1,02	Удовлетворительно
30	16	14	51,7	1,9	69,5	13,9	2,51	Сомнительно
31		12	51,7	1,9	49,4	7,9	0,57	Удовлетворительно
32	14	46	51,7	1,9	28,5	12,0	3,79	Неудовлетворительно



Продолжение таблицы 2

33	15	18	51,7	1,9	51,40	17,99	0,03	Удовлетворительно
34		22	51,7	1,9	51,17	17,91	0,06	Удовлетворительно
35		13	51,7	1,9	55,54	19,44	0,39	Удовлетворительно
36		26	51,7	1,9	55,28	17,53	0,40	Удовлетворительно
37	16	8	51,7	1,9	52	15	0,04	Удовлетворительно
38		39	51,7	1,9	51	15	0,09	Удовлетворительно
39		30	51,7	1,9	50	15	0,22	Удовлетворительно
40		48	51,7	1,9	46	14	0,80	Удовлетворительно
41	17	15	51,7	1,9	57,00	22,81	0,46	Удовлетворительно
42	18	5	51,7	1,9	57	13	0,80	Удовлетворительно
43	19	42	51,7	1,9	61	18	1,01	Удовлетворительно
44	20	28	51,7	1,9	47,1	16,5	0,55	Удовлетворительно
45		31	51,7	1,9	56,7	19,8	0,49	Удовлетворительно
46		37	51,7	1,9	50,6	25,6	0,08	Удовлетворительно
47		47	51,7	1,9	49,2	20,6	0,24	Удовлетворительно
48	21	10	51,7	1,9	46,20	23,1	0,47	Удовлетворительно
49	22	9	51,7	1,9	49,2	13,7	0,36	Удовлетворительно
50		50	51,7	1,9	49,9	13,9	0,25	Удовлетворительно
51		2	51,7	1,9	55,1	17,6	0,38	Удовлетворительно
52		21	51,7	1,9	55,8	17,9	0,45	Удовлетворительно
53	23	3	51,7	1,9	57	20	0,52	Удовлетворительно
54	24	33	51,7	1,9	46,9	7,1	1,33	Удовлетворительно
55	25	54	51,7	1,9	46,6	14	0,71	Удовлетворительно
56		53	51,7	1,9	43,2	14	1,19	Удовлетворительно

Анализ оценки результатов измерения удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в водных средах по Z-индексу показал идентичность результатов оценки по статистическому критерию для тех же оцениваемых параметров.

## 5. Вывод

Отрицательными или сомнительными признаны 23% результата измерений. Результаты измерений №№ 1, 2, 3, 13, 14, 15, 16, 24, 25 оказались занижены, а №№ 26, 28 – завышены. По остальным результатам не выявлено какой-либо закономерности и отклонение от аттестованного значения носит случайный характер.

## **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 от 24.10.2016).

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 (директору отделения, начальнику СП, проводящего МСИ, и координатору) и предоставляются лабораториям-участникам и Федеральной службе по аккредитации.

## 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

Ст. научный сотрудник лаборатории, к.т.н.

К.Н. Елистратова

Ведущий инженер-технолог лаборатории

Е.Е. Лебенкова