



ВНИИМ
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 «ВНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор научно-
исследовательского

метрологического отделения –

руководитель Провайдера МСИ

В.Б. Горшков

2021 г.



ОТЧЕТ №532/859-2021

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЯХ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ
АКТИВНОСТИ БЕТА-ИЗЛУЧАЮЩИХ РАДИОНУКЛИДОВ В ВОДНЫХ
РАСТВОРАХ В ОРГАНИЗАЦИЯХ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»
ПО ПРОГРАММЕ П.МСИ.УАБ-532/029-2021

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.....	6
4.1 Оценка результатов исследования по статистическому критерию.....	6
4.2 Оценка результатов исследования по Z-индексу.....	10
5. Выводы	13
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.УАБ-532/029-2021.

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

В МСИ по контролю качества измерений удельной активности бета-излучающих радионуклидов в водных растворах приняли участие 26 лаборатории организаций, входящих в различные дивизионы Госкорпорации.

1. Определяемые показатели

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

Диапазон измерений: от 10,0 до 100 Бк/кг.

2. Изготовление и аттестация образцов для контроля (ОК)

В качестве ОК при проведении МСИ использован азотнокислый раствор, содержащий равновесную смесь суммарной удельной активностью в диапазоне (от 10,0 до 100 Бк/кг).

Изготовление ОК проводилось специалистами АО «ВНИИНМ» в соответствии с Техническим заданием № 505/532.50-2021.

Требования к изготовлению, контролю качества, хранению ОК изложены в ТЗ № 505/532.50-2021.

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 β -излучающих радионуклидов $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ с удельной активностью (511 ± 15) Бк/см³.

Раствор радионуклида пипеткой объемом 10 см³ перенесли в мерную колбу объемом 100 см³, далее объем в колбе довели до метки 0,1 М раствором азотной кислоты и тщательно перемешали. Далее пипеткой объемом 1 см³ растворы переносили в транспортировочные флаконы.

Аттестованное значение ОК при определении удельной активности бета-излучающих радионуклидов в водных средах составило $(46,7\pm 1,5)$ 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 бета-излучающих радионуклидов в водных средах, вошли:

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

- «Активность бета-излучающих радионуклидов в счетных образцах. Методика выполнения измерений на сцинтилляционном спектрометре»,

- ИА 67-136-2019. «Технологические растворы. Сточные воды и низкоактивные отходы комбината. Методика измерений объемной активности суммы бета-излучающих радионуклидов радиометрическим методом»,

- ОСТ 95 10235-86. «Метод измерения активности радионуклидов в источниках бета-излучения с помощью торцевого счетчика в ограниченном телесном угле»,

- ИА 67-31-2011. «Инструкция аналитическая. Среда внешняя. Методика определения активности суммы бета-излучающих радионуклидов в пробах воды, атмосферного воздуха и атмосферных выпадений»,

- МВИ 15.4.3.16. «Методика измерений активности бета-излучающих радионуклидов в счетных образцах на радиометрических установках»,

- «Методика выполнения измерений активности альфа, бета-излучающих радионуклидов с использованием жидкосцинтилляционного спектрометрического комплекса»,

- «Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного бета-спектрометра с программным обеспечением «Прогресс»,

- «Методика выполнения измерений суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов в сыпучих материалах на альфа/бета радиометре LB-770»,

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

- «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»,

- «Методика выполнения измерений суммарной альфа- и бета-активности водных проб (пресные природные воды хозяйственно-питьевого назначения) после концентрации альфа-бета-радиометром УМФ 2000»,

- МВИ 15.2.1.-07. «Методика выполнения измерений активности бета-излучающих нуклидов в счетных образцах»,

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

- «Методика измерений суммарной-удельной активности альфа-излучающих и бета-излучающих радионуклидов в природных (пресных и минерализованных) и технических водах с помощью спектрометра-радиометра гамма-, бета- и альфа-излучения МКГБ-01 «РАДЭК»,

- «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,

Δ_{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 бета-излучающих радионуклидов в водных растворах представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты расчета статистического критерия при определении удельной активности бета-излучающих радионуклидов в водных растворах

№ в отчете	Шифр лаборатории	Шифр ОК	Аттестованное значение A , Бк/кг	Погрешность аттестованного значения Δ_A , Бк/кг	Результат лаборатории X , Бк/кг	Погрешность результата лаборатории Δ_X , Бк/кг	E_i	Вывод
1	1	22	46,7	1,5	37	7	1,35	Неудовлетворительно
2	2		46,7	1,5	48	10	0,13	Удовлетворительно
3			46,7	1,5	55	13	0,63	Удовлетворительно
4			46,7	1,5	47	7	0,04	Удовлетворительно
5	3		46,7	1,5	43	13	0,28	Удовлетворительно
6	4	51	46,7	1,5	51	10	0,43	Удовлетворительно
7		52	46,7	1,5	44	9	0,30	Удовлетворительно
8		53	46,7	1,5	49	10	0,23	Удовлетворительно
9	5	8	46,7	1,5	45	6	0,27	Удовлетворительно
10		3	46,7	1,5	42	10	0,46	Удовлетворительно
11	6	42	46,7	1,5	50,0	17,5	0,19	Удовлетворительно
12		1	46,7	1,5	54,5	19,1	0,41	Удовлетворительно
13	7	13	46,7	1,5	53,4	13,4	0,50	Удовлетворительно
14		41	46,7	1,5	50,8	12,7	0,32	Удовлетворительно
15	8	30	46,7	1,5	51	18	0,24	Удовлетворительно
16		30	46,7	1,5	49	9	0,25	Удовлетворительно
17	9	35	46,7	1,5	49,01	8,90	0,26	Удовлетворительно
18		31	46,7	1,5	49,29	8,96	0,29	Удовлетворительно
19		38	46,7	1,5	42,09	8,71	0,52	Удовлетворительно
20		23	46,7	1,5	48,73	10,24	0,20	Удовлетворительно
21	10	4	46,7	1,5	10,851	2,218	13,39	Неудовлетворительно

Продолжение таблицы 1

22	11	26	46,7	1,5	33	8	1,68	Неудовлетворительно
23		44	46,7	1,5	25	6	3,51	Неудовлетворительно
24	12	25	46,7	1,5	43,5	8,7	0,36	Удовлетворительно
25		25	46,7	1,5	38,0	7,6	1,12	Неудовлетворительно
26		27	46,7	1,5	44,4	8,9	0,25	Удовлетворительно
27		27	46,7	1,5	37,2	7,4	1,26	Неудовлетворительно
28	13	15	46,7	1,5	28,3	4,5	3,88	Неудовлетворительно
29	14	28	46,7	1,5	16,3	4,8	6,05	Неудовлетворительно
30	15	7	46,7	1,5	53,16	29,15	0,22	Удовлетворительно
31	16	45	46,7	1,5	46,7	8,9	0,00	Удовлетворительно
32	17	43	46,7	1,5	25,09	8,78	2,43	Неудовлетворительно
33		12	46,7	1,5	32,94	11,53	1,18	Неудовлетворительно
34		21	46,7	1,5	35,15	12,30	0,93	Удовлетворительно
35	18	36	46,7	1,5	39	11	0,69	Удовлетворительно
36		24	46,7	1,5	38	11	0,78	Удовлетворительно
37		11	46,7	1,5	40	11	0,60	Удовлетворительно
38		40	46,7	1,5	37	11	0,87	Удовлетворительно
39		54	46,7	1,5	38	11	0,78	Удовлетворительно
40		5	46,7	1,5	40	12	0,55	Удовлетворительно
41		36	46,7	1,5	43	13	0,28	Удовлетворительно
42		49	46,7	1,5	42	12	0,39	Удовлетворительно
43	19	17	46,7	1,5	54,3	24,4	0,31	Удовлетворительно
44		17	46,7	1,5	40	20	0,33	Удовлетворительно
45	20	39	46,7	1,5	44,59	5,91	0,35	Удовлетворительно
46	21	33	46,7	1,5	40	11	0,60	Удовлетворительно
47	22	37	46,7	1,5	46,2	16,2	0,03	Удовлетворительно
48		48	46,7	1,5	55,3	19,3	0,44	Удовлетворительно
49		50	46,7	1,5	40,7	14,2	0,42	Удовлетворительно
50		9	46,7	1,5	60,6	18,2	0,76	Удовлетворительно
51	23	6	46,7	1,5	38,5	12,7	0,64	Удовлетворительно
52		29	46,7	1,5	38,9	12,8	0,61	Удовлетворительно
53	24	20	46,7	1,5	39	14	0,55	Удовлетворительно
54	25	10	46,7	1,5	30,8	3,1	4,62	Неудовлетворительно
55	26	56	46,7	1,5	47,0	10,7	0,03	Удовлетворительно
56		58	46,7	1,5	48,3	11,1	0,14	Удовлетворительно
57	27	57	46,7	1,5	20	2,2	10,03	Неудовлетворительно

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.

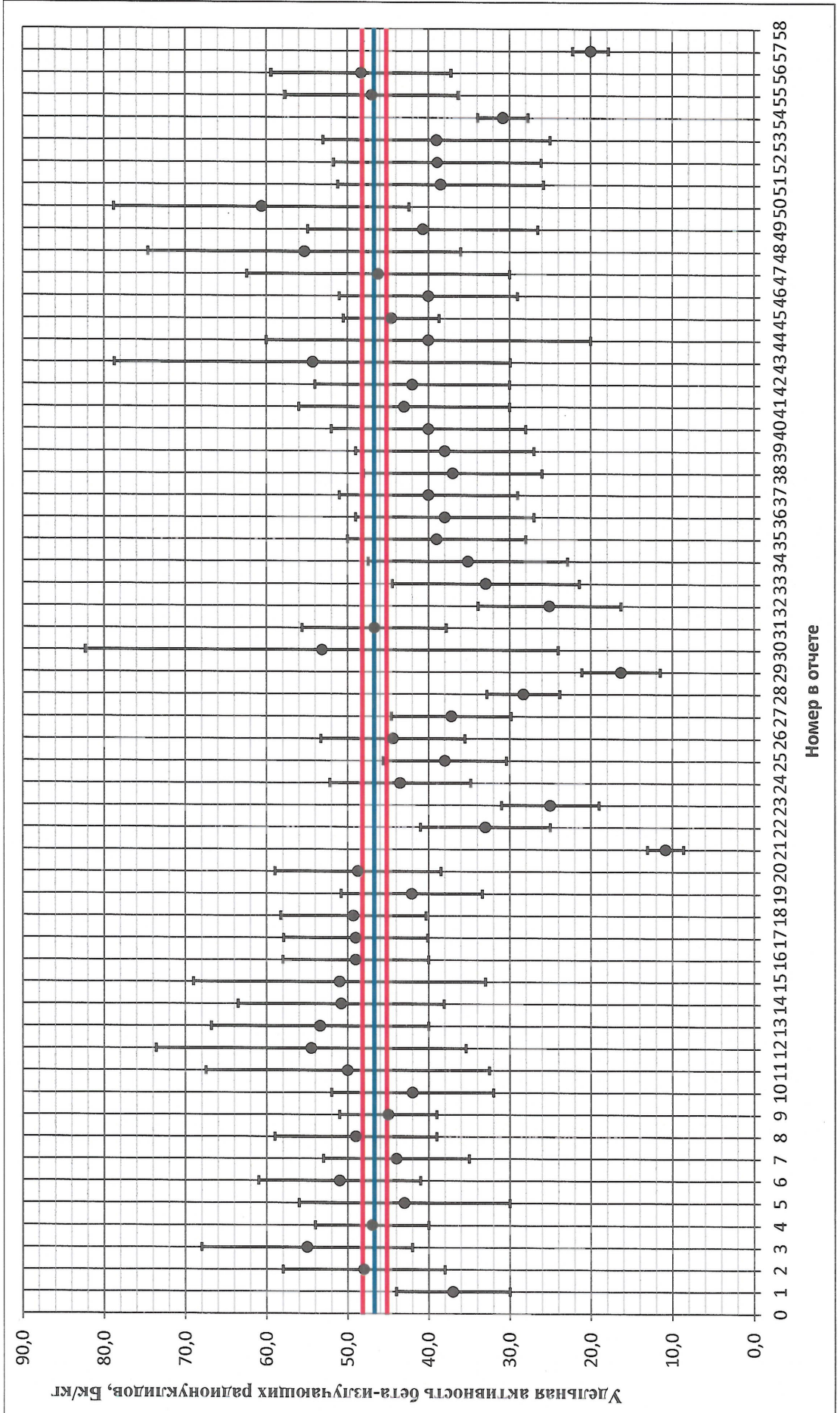


Рисунок 1 Результаты измерений удельной активности бета-излучающих радионуклидов в водных растворах

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 21% неудовлетворительных результата измерений. При этом 7 лабораторий представили только неверные результаты и две лаборатория (номера в отчете 24,25,26,27,32,33,34) получили удовлетворительные и неудовлетворительные результаты измерений.

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 бета-излучающих радионуклидов в водных средах представлены в таблице 2.

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

№ в отчете	Шифр лаборатории	Шифр ОК	Аттестованное значение А, Бк/кг	Погрешность аттестованного значения Δ_A , Бк/кг	Результат лаборатории X, Бк/кг	Погрешность результата лаборатории Δ_X , Бк/кг	Z_i	Вывод
1	1	22	46,7	1,5	37	7	2,72	Сомнительно
2	2		46,7	1,5	48	10	0,25	Удовлетворительно
3			46,7	1,5	55	13	1,25	Удовлетворительно
4			46,7	1,5	47	7	0,08	Удовлетворительно
5	3		46,7	1,5	43	13	0,56	Удовлетворительно
6	4	51	46,7	1,5	51	10	0,84	Удовлетворительно
7		52	46,7	1,5	44	9	0,59	Удовлетворительно
8		53	46,7	1,5	49	10	0,45	Удовлетворительно
9	5	8	46,7	1,5	45	6	0,56	Удовлетворительно
10		3	46,7	1,5	42	10	0,92	Удовлетворительно
11	6	42	46,7	1,5	50,0	17,5	0,37	Удовлетворительно
12		1	46,7	1,5	54,5	19,1	0,80	Удовлетворительно
13	7	13	46,7	1,5	53,4	13,4	0,98	Удовлетворительно
14		41	46,7	1,5	50,8	12,7	0,63	Удовлетворительно
15	8	30	46,7	1,5	51	18	0,47	Удовлетворительно
16		30	46,7	1,5	49	9	0,50	Удовлетворительно

Продолжение таблицы 2

17	9	35	46,7	1,5	49,01	8,90	0,51	Удовлетворительно
18		31	46,7	1,5	49,29	8,96	0,57	Удовлетворительно
19		38	46,7	1,5	42,09	8,71	1,04	Удовлетворительно
20		23	46,7	1,5	48,73	10,24	0,39	Удовлетворительно
21	10	4	46,7	1,5	10,851	2,218	31,68	Неудовлетворительно
22	11	26	46,7	1,5	33	8	3,36	Неудовлетворительно
23		44	46,7	1,5	25	6	7,09	Неудовлетворительно
24	12	25	46,7	1,5	43,5	8,7	0,72	Удовлетворительно
25		25	46,7	1,5	38,0	7,6	2,24	Сомнительно
26		27	46,7	1,5	44,4	8,9	0,51	Удовлетворительно
27		27	46,7	1,5	37,2	7,4	2,52	Сомнительно
28	13	15	46,7	1,5	28,3	4,5	8,01	Неудовлетворительно
29	14	28	46,7	1,5	16,3	4,8	12,41	Неудовлетворительно
30	15	7	46,7	1,5	53,16	29,15	0,43	Удовлетворительно
31	16	45	46,7	1,5	46,7	8,9	0,00	Удовлетворительно
32	17	43	46,7	1,5	25,09	8,78	4,82	Неудовлетворительно
33		12	46,7	1,5	32,94	11,53	2,34	Сомнительно
34		21	46,7	1,5	35,15	12,30	1,84	Удовлетворительно
35	18	36	46,7	1,5	39	11	1,37	Удовлетворительно
36		24	46,7	1,5	38	11	1,55	Удовлетворительно
37		11	46,7	1,5	40	11	1,19	Удовлетворительно
38		40	46,7	1,5	37	11	1,73	Удовлетворительно
39		54	46,7	1,5	38	11	1,55	Удовлетворительно
40		5	46,7	1,5	40	12	1,09	Удовлетворительно
41		36	46,7	1,5	43	13	0,56	Удовлетворительно
42		49	46,7	1,5	42	12	0,77	Удовлетворительно
43	19	17	46,7	1,5	54,3	24,4	0,61	Удовлетворительно
44		17	46,7	1,5	40	20	0,66	Удовлетворительно
45	20	39	46,7	1,5	44,59	5,91	0,70	Удовлетворительно
46	21	33	46,7	1,5	40	11	1,19	Удовлетворительно
47	22	37	46,7	1,5	46,2	16,2	0,06	Удовлетворительно
48		48	46,7	1,5	55,3	19,3	0,87	Удовлетворительно
49		50	46,7	1,5	40,7	14,2	0,83	Удовлетворительно
50		9	46,7	1,5	60,6	18,2	1,50	Удовлетворительно
51	23	6	46,7	1,5	38,5	12,7	1,27	Удовлетворительно
52		29	46,7	1,5	38,9	12,8	1,19	Удовлетворительно
53	24	20	46,7	1,5	39	14	1,08	Удовлетворительно
54	25	10	46,7	1,5	30,8	3,1	10,05	Неудовлетворительно
55	26	56	46,7	1,5	47,0	10,7	0,05	Удовлетворительно
56		58	46,7	1,5	48,3	11,1	0,28	Удовлетворительно
57	27	57	46,7	1,5	20	2,2	23,79	Неудовлетворительно

Анализ оценки результатов измерения удельной активности бета-излучающих радионуклидов в водных средах по Z-индексу в целом коррелирует с результатами оценки по статистическому критерию для тех же оцениваемых параметров. Исключение составляют результаты измерений №№ 1, 25, 27, 32, 33, неудовлетворительные по статистическому критерию и сомнительные по Z-индексу.

5. Выводы

Отрицательными или сомнительными признаны 21% результата измерений.

Все неудовлетворительные и сомнительные результаты измерений оказались занижены. Также наблюдается систематическое занижение среди удовлетворительных результатов измерений. По результатам анализа рисунка 1 выявлено, что около 63% результатов измерений находятся ниже аттестованного значения.

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/TC 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
метрологического обеспечения
аналитического контроля, к.т.н.

К.Н. Елистратова

Ведущий инженер лаборатории
метрологического обеспечения
аналитического контроля

Е.Е. Лебенкова