

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
_____ 2021 г.



ОТЧЕТ №532/850-2021
О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ
по программе П.МСИ.РХКП-532/011-2021
«Радиохимический контроль почв (грунтов)»

МОСКВА 2021

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	3
1. Определяемые показатели	3
2. Образцы для контроля (ОК)	3
4. Анализ результатов исследований	6
5. Вывод	14
6. Заключение	14
7. Контактные сведения о провайдере МСИ	14
8. Конфиденциальность	15

ВВЕДЕНИЕ

Целью данных межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества радиохимического контроля почв (грунтов).

В МСИ приняли участие 11 организаций.

Проведение МСИ осуществлялось на договорной основе с организациями-участниками.

1. Определяемые показатели

Контролируемые в ходе проведения МСИ показатели, диапазон измерения и единицы измерения каждого показателя приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Контролируемые показатели при проведении МСИ по радиометрическим видам контроля водных сред

Объект измерения	Определяемая характеристика	Диапазон измерений
Почва (грунт)	Суммарная удельная активность альфа-излучающих радионуклидов	от 1,0 до 100 Бк/кг
Почва (грунт)	Суммарная удельная активность бета-излучающих радионуклидов	от 1,0 до 100 Бк/кг
Почва (грунт)	Суммарная удельная активность гамма-излучающих радионуклидов	от 1,0 до 10000 Бк/кг

2. Образцы для контроля (ОК)

В качестве ОК были изготовлены и аттестованы специальные образцы. Требования к изготовлению, контролю качества и хранению изложены в ТЗ 505/532.034-2020 от 18.03.2020 г., ТЗ 505/532.016-2018 от 10.11.18 г., ТЗ 505/532.036-2020 от 18.03.2020 г.

В качестве ОК при проведении МСИ используется специально изготовленные образцы почвы (грунта) такого количества, которое необходимо для осуществления измерений конкретной лабораторией.

Для изготовления ОК для измерений активности альфа-излучающих радионуклидов использовался водный раствор α -радионуклидов ^{241}Am .

Для изготовления ОК для измерений активности бета-излучающих радионуклидов использовался водный раствор β -радионуклидов ^{90}Sr и ^{90}Y .

Для изготовления ОК для измерений активности гамма-излучающих радионуклидов использовался водный раствор γ -радионуклидов ^{137}Cs .

Объем аликвоты, необходимый для приготовления пробы ОК различной массы рассчитывают по формуле:

$$V_{al} = \frac{A_{OK}}{A_{p-ra}} \cdot m_{OK}$$

где A_{OK} – аттестованное значение суммарной удельной активности ОК, Бк/кг;
 A_{p-ra} – суммарная удельная активность приготовленного раствора радионуклида, Бк/см³.

Материал ОК был расфасован в полиэтиленовые банки с герметично закрывающимися крышками. Каждая банка была снабжена этикеткой, на которой указывается наименование Программы МСИ, наименование организации-участницы, шифр ОК, масса ОК. Потребительская и транспортная тара обеспечивали условия, при которых сохраняется целостность упаковки и неизменность метрологических характеристик материала ОК.

Однородность ОК была обеспечена процедурой приготовления всех экземпляров из одного раствора, содержащего радионуклид.

Аттестованные характеристики и значения погрешности аттестованной характеристики изложены в протоколах метрологической аттестации № 532/846-2021 и № 532/848-2021.

Прослеживаемость аттестованного значения обеспечивалась применением образцовых мер активности (ОМАСН), представляющие из себя растворы и имеющие статус рабочих эталонов 1 разряда, калиброванных с помощью первичного государственного эталона, калиброванных мер вместимости и поверенных средств измерения.

3. Методы (методики) измерений и испытаний

В перечень методик, которые были использованы при определении суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов, вошли:

- Методика измерений и подготовки пробы «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SrectraLine»;
- МВИ-82-09. Методика выполнения измерений активности радионуклидов в счетных образцах с помощью жидкостинцилляционного спектрометрического радиометра альфа-бета излучения TRI-CARB;
- ЦВ 5.10.03-98 «А» Методика выполнения измерений суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов в сыпучих материалах на альфа-бета радиометре LB 770;
- МВИ-53-09. Методика выполнения измерений. Определение активности гамма-излучающих радионуклидов в счетных образцах на гамма-спектрометре с использованием программного обеспечения «LSRM»;
- МИ-14-10. Определение активности альфа-излучающих радионуклидов в счетных образцах технологических проб и проб объектов окружающей среды.

В перечень методик, которые были использованы при определении суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов, вошли:

- МВК 1.5.4(15)-17. Методика измерений удельной активности радионуклидов в грунте (почве) с применением пробоотбора;
- ЦВ 5.10.04-98 «А». Методика выполнения измерений удельной активности бета-излучающих радионуклидов в сыпучих материалах на альфа-бета радиометре LB-770;
- МИ-РК-09/СМ Методика удельной суммарной бета-активности радионуклидов в строительных отходах, почвах, донных отложениях и т.п.

В перечень методик, которые были использованы при определении суммарной удельной активности гамма-излучающих радионуклидов, вошли:

- Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного гамма-спектрометра с программным обеспечением «Прогресс»;
- Методика измерений и подготовки пробы «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SrectraLine»;
- ГОСТ 30108-94 Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов;
- 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. 24.03.2014;
- ФВКМ.412131.002-03 РЭ Руководство по эксплуатации к прибору гамма-спектрометр сцинтилляционный «Прогресс-гамма»;
- МВК 1.5.4(15)-17. Методика измерений удельной активности радионуклидов в грунте (почве) с применением пробоотбора.

4. Анализ результатов исследований

Обработка полученных результатов производилась в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Оценка качества лабораторных измерений проводилась 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 (1):

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

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,

$\Delta_{\text{ок}}$ – 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 суммарной удельной активности альфа-, бета- и гамма-излучающих радионуклидов в почвах (грунтах) представлены в таблицах 2-4.

Т а б л и ц а 2 – Результаты расчета статистического критерия при определении суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов

№ в отчете	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	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	16	517	72	430	81,7	0,80	Удовлетворительно
2	17	517	72	730	110	1,62	Неудовлетворительно
3	17	517	72	750	110	1,77	Неудовлетворительно
4	17	517	72	775	230	1,07	Неудовлетворительно
5	17	517	72	870	278	1,23	Неудовлетворительно
6	17	517	72	1040	312	1,63	Неудовлетворительно
7	17	517	72	1010	303	1,58	Неудовлетворительно

Т а б л и ц а 3 – Результаты расчета статистического критерия при определении суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов

№ в отчете	Шифр ОК	Аттестованное значение А, Бк/кг	Погрешность аттестованного значения ΔА, Бк/кг	Результат лаборатории Х, Бк/кг	Погрешность результата лаборатории Δх, Бк/кг	Е _і	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1	256	38,33	286,12	135,72	0,22	Удовлетворительно
2	2	3010	113	3100	350	0,24	Удовлетворительно
3	17	511	72	672	202	0,75	Удовлетворительно
4	17	511	72	660	66	1,53	Неудовлетворительно
5	17	511	72	640	190	0,63	Удовлетворительно

Т а б л и ц а 4 – Результаты расчета статистического критерия при определении суммарной удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

№ в отчете	Шифр ОК	Аттестованное значение А, Бк/кг	Погрешность аттестованного значения ΔА, Бк/кг	Результат лаборатории Х, Бк/кг	Погрешность результата лаборатории Δх, Бк/кг	Е _і	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1	10,47	0,42	8,4	2,2	0,92	Удовлетворительно
2	2	10,47	0,42	9,9	1,6	0,34	Удовлетворительно
3	3	10,47	0,42	9,7	2,4	0,32	Удовлетворительно
4	4	10,47	0,42	16	4	1,38	Неудовлетворительно
5	5	10,47	0,42	16	7	0,79	Удовлетворительно
6	6	4,35	0,50	4,9	1,1	0,46	Удовлетворительно
7	7	4,35	0,50	4,29	1,59	0,04	Удовлетворительно
8	7	4,35	0,50	4,38	1,77	0,02	Удовлетворительно
9	7	4,35	0,50	4,17	0,64	0,22	Удовлетворительно
10	27	1022	37	1093,59	457,56	0,16	Удовлетворительно
11	24	1023	37	982,7	16,87	0,99	Удовлетворительно

На рисунках 1-4 представлены диаграммы, являющиеся графическим отображением оценки результата лаборатории по статистическому критерию.

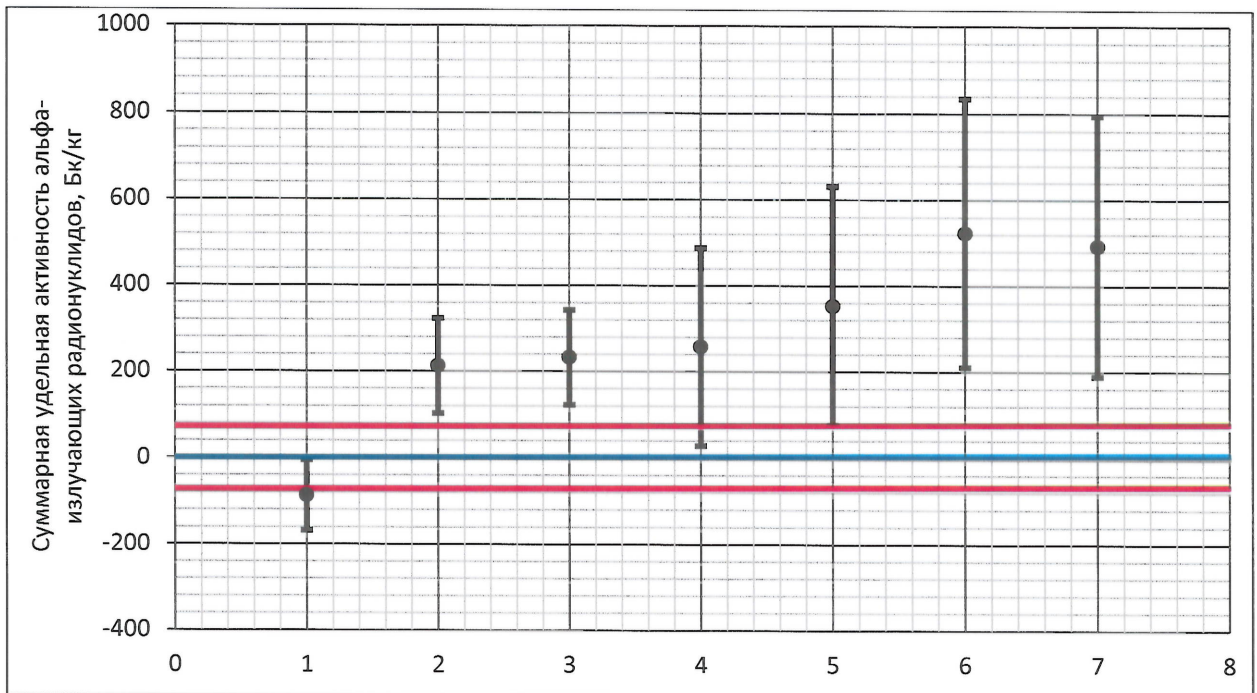


Рисунок 1 – Результаты определения суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов

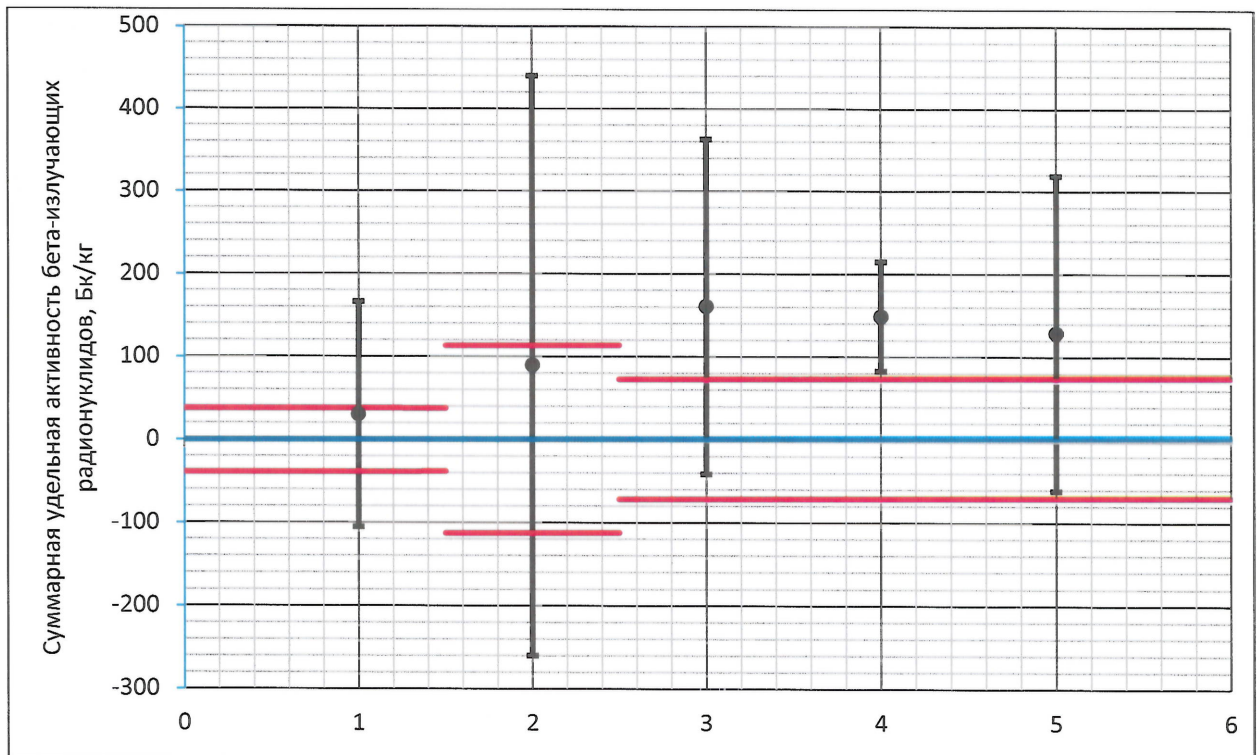


Рисунок 2 – Результаты определения суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов

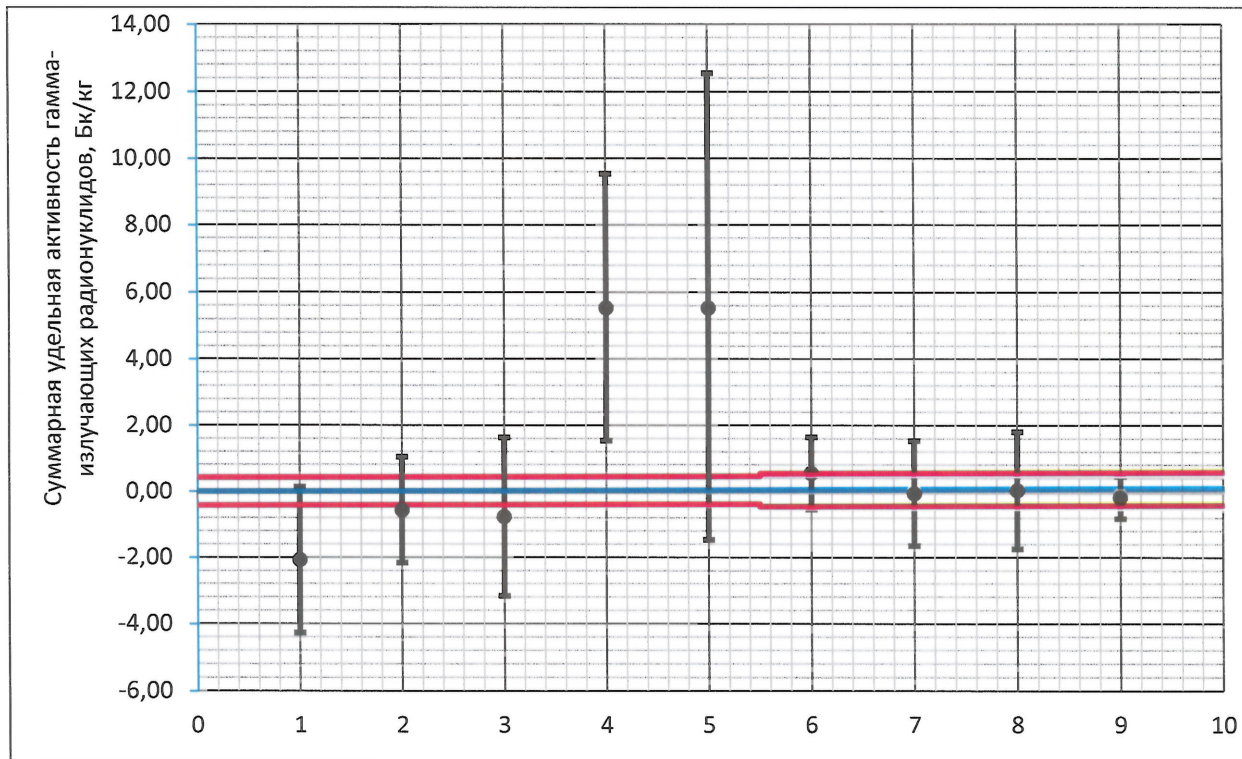


Рисунок 3 – Результаты определения суммарной удельной активности гамма-излучающих радионуклидов (часть 1)

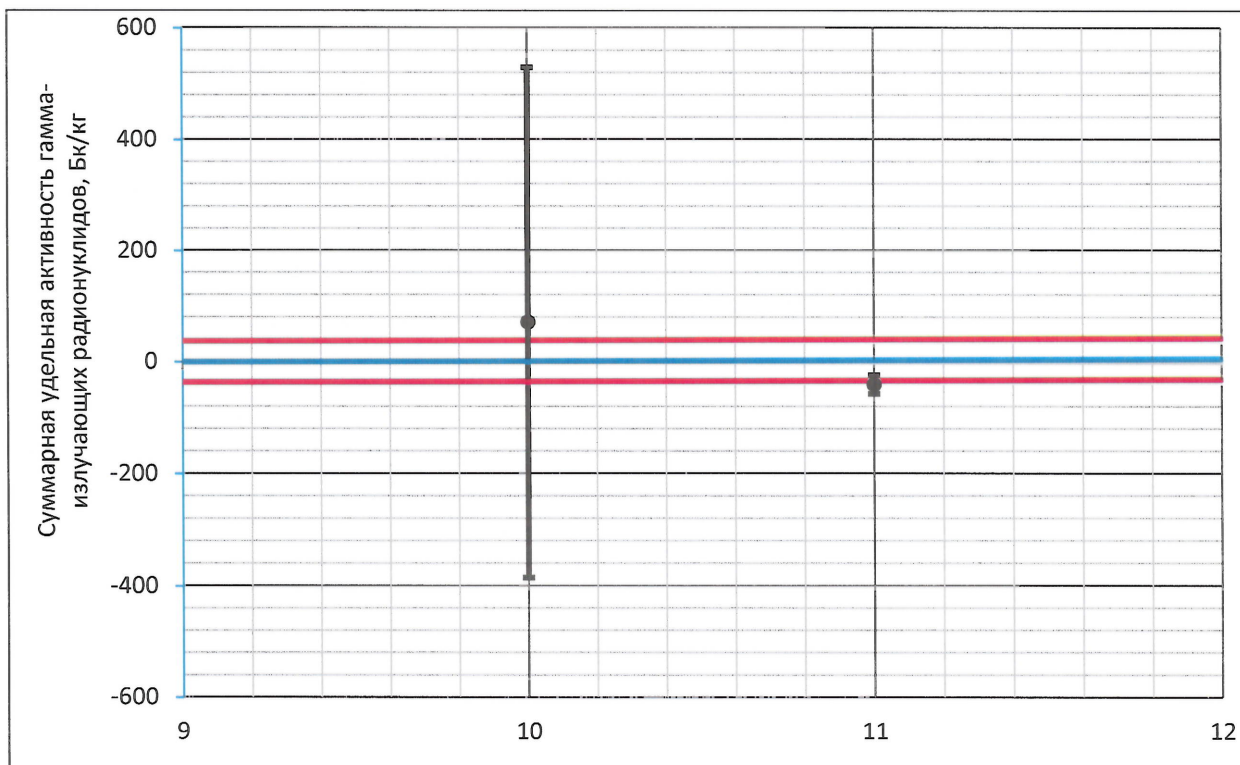


Рисунок 4 – Результаты определения суммарной удельной активности гамма-излучающих радионуклидов (часть 2)

На диаграммах 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 анализа выявлено, что по показателю суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов получено 14,29% удовлетворительных результатов, по суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов – 80,00% удовлетворительных результатов, по суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов – 90,91% удовлетворительных результатов.

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 (2):

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

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 суммарной удельной активности альфа-, бета-излучающих радионуклидов и удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в водных средах представлены в таблицах 5-7.

Т а б л и ц а 5 – Результаты расчета Z-индекса при определении суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов

№ в отчете	Шифр ОК	Аттестованное значение A , Бк/кг	Погрешность аттестованного значения ΔA , Бк/кг	Результат лаборатории X , Бк/кг	Погрешность результата лаборатории ΔX , Бк/кг	Z_i	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	16	517	72	430	81,7	2,09	Сомнительно
2	17	517	72	730	110	3,80	Неудовлетворительно
3	17	517	72	750	110	4,15	Неудовлетворительно
4	17	517	72	775	230	2,20	Неудовлетворительно
5	17	517	72	870	278	2,49	Неудовлетворительно
6	17	517	72	1040	312	3,29	Неудовлетворительно
7	17	517	72	1010	303	3,19	Неудовлетворительно

Т а б л и ц а 6 – Результаты расчета Z-индекса при определении суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов

№ в отчете	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	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1	256	38,33	286,12	135,72	0,44	Удовлетворительно
2	2	3010	113	3100	350	0,50	Удовлетворительно
3	17	511	72	672	202	1,56	Удовлетворительно
4	17	511	72	660	66	4,42	Неудовлетворительно
5	17	511	72	640	190	1,33	Удовлетворительно

Т а б л и ц а 7 – Результаты расчета Z-индекса при определении суммарной удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

№ в отчете	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	Итог
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1	10,47	0,42	8,4	2,2	1,84	Удовлетворительно
2	2	10,47	0,42	9,9	1,6	0,70	Удовлетворительно
3	3	10,47	0,42	9,7	2,4	0,63	Удовлетворительно
4	4	10,47	0,42	16	4	2,71	Неудовлетворительно
5	5	10,47	0,42	16	7	1,55	Удовлетворительно
6	6	4,35	0,50	4,9	1,1	0,98	Удовлетворительно
7	7	4,35	0,50	4,29	1,59	0,07	Удовлетворительно
8	7	4,35	0,50	4,38	1,77	0,03	Удовлетворительно
9	7	4,35	0,50	4,17	0,64	0,55	Удовлетворительно
10	27	1022	37	1093,59	457,56	0,31	Удовлетворительно
11	24	1023	37	982,7	16,87	4,68	Удовлетворительно

Значения Z-индекса коррелируются со значениями статистического критерия (таблицы 2-4). Также по результатам расчета видно, что измерение

суммарной удельной активности альфа-излучающих радионуклидов ОК №1, удовлетворительное по статистическому критерию, является сомнительным по Z-индексу.

5. Вывод

Суммарную удельную активность альфа-излучающих радионуклидов удовлетворительно определила одна из двух участвующих лабораторий. Удовлетворительный результат измерений суммарной удельной активности бета-излучающих радионуклидов получили лаборатории с шифрами 1 и 2, организация с шифром 17 показала два верных результата измерений из трех представленных. Удельную активность гамма-излучающих радионуклидов удовлетворительно определили 8 из 9 участвующих в МСИ организаций (88,89%).

6. Заключение

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний, всем участникам было выдано свидетельство об участии. Все свидетельства в качестве приложения содержат заключение с результатами измерений (испытаний) с указанием критериев их оценки.

7. Контактные сведения о провайдере МСИ

Провайдер МСИ (АО «ВНИИНМ»), аккредитованный в национальной системе аккредитации (Аттестат аккредитации RA.RU.430166 от 24.10.2016).;

123060, Москва, а/я 369, 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.

8. Конфиденциальность

Конфиденциальность обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, 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 структурного подразделения, проводящего МСИ и координатор МСИ).

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

И.М. Максимова

Ведущий инженер-технолог лаборатории
метрологического обеспечения
аналитического контроля

Е.Е. Лебенкова