

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ «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  
« 20 » декабря 2022 г.



ОТЧЕТ №532/921-2022  
О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ  
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ УДЕЛЬНОЙ  
АКТИВНОСТИ ГАММА-ИЗЛУЧАЮЩИХ РАДИОНУКЛИДОВ В  
ДИАПАЗОНЕ ЭНЕРГИЙ 0,2-2,8 МЭВ В ПОЧВАХ (ГРУНТАХ)  
по программе П.МСИ.РХКП-532/011.3-2022

МОСКВА 2022

## Содержание

ВВЕДЕНИЕ .....	3
1. Определяемые показатели.....	3
2. Образцы для проверки квалификации .....	3
3. Методы (методики) измерений и испытаний.....	4
4. Анализ результатов исследований .....	5
5. Вывод.....	8
6. Контактные сведения о Провайдере МСИ .....	8
7. Конфиденциальность .....	9
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	9

## **ВВЕДЕНИЕ**

Целью данных межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества измерений удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне энергий 0,2 – 2,8 МэВ в почвах (грунтах).

В МСИ приняли участие 7 лабораторий.

Проведение МСИ осуществлялось на договорной основе с организациями-участниками.

### **1. Определяемые показатели**

Определяемый показатель (параметр): удельная активность гамма-излучающих радионуклидов в диапазоне энергий 0,2 – 2,8 МэВ.

Объект измерения: почва (грунт).

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

### **2. Образцы для проверки квалификации**

В качестве образца для проверки квалификации (ОПК) при проведении МСИ изготовлены образцы почвы (грунта) такого количества, которое необходимо для осуществления измерений конкретной лабораторией.

Требования к изготовлению, контролю качества и хранению изложены в техническом задании ТЗ 505/532-57-2022 от 05.03.2022 г.

Для изготовления ОПК использовался азотнокислый раствор  $^{137}\text{Cs}$ .

Материал ОПК был расфасован в полиэтиленовые банки с герметично закрывающимися крышками. Каждая банка была снабжена этикеткой, на которой указывается наименование Программы МСИ, шифр ОПК, масса ОПК. Потребительская и транспортная тара обеспечивали условия, при



которых сохраняется целостность упаковки и неизменность метрологических характеристик материала ОПК.

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

Приписанные значения и значения расширенной неопределенности приписанного значения характеристики изложены в протоколе № 532/877-2022 и таблицах 1-2 данного отчета.

Стабильность приписанного значения обеспечивалась использованием радионуклидов с длительным периодом полураспада.

Прослеживаемость приписанного значения обеспечивалась применением эталонных радиоактивных растворов (ЭРР), имеющих статус рабочих эталонов 1 разряда и калиброванных с помощью первичного государственного эталона, калиброванных мер вместимости и поверенных средств измерений.

### **3. Методы (методики) измерений и испытаний**

Для проведения измерений могли быть использованы любые методики измерений. В перечень методик, которые применялись при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов, вошли:

- Руководство по эксплуатации установки спектрометрической МКС-01А «МУЛЬТИРАД» с гамма-спектрометрическим трактом «МУЛЬТИРАД-гамма»;

- Методика выполнения измерений объемной и удельной активности  $^{131}\text{I}$ ,  $^{134}\text{Cs}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  и эффективной удельной активности природных радионуклидов  $^{40}\text{K}$ ,  $^{226}\text{Ra}$ ,  $^{232}\text{Th}$  на гамма-радиометрах спектрометрического типа РКГ-АТ1320. МВИ.МН 4779-2013;

- Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного гамма-спектрометра с программным обеспечением «Прогресс»;

- Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SpectraLine», ФР.1.40.2014.18318.

#### 4. Анализ результатов исследований

Обработка полученных результатов производилась в соответствии с требованиями и с использованием алгоритмов, описанных в ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для каждой лаборатории рассчитывалась величина критерия ( $E_n$ ) по формуле:

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

где  $X_i$  – результат измерения  $i$ -ой лаборатории;

$x$  – приписанное значение ОПК;

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

$U_x$  – расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, соответствующая погрешности результата 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.

Результаты расчета  $E_n$  представлены в таблице 1.



Т а б л и ц а 1 – Результаты расчета статистического критерия при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Погрешность (расширенная неопределенность) результата лаборатории, Бк/кг	$E_n$	Результат
1	22,9	0,9	30	4	1,73	неудовлетворительно
2	22,9	0,9	27	5	0,81	удовлетворительно
3	22,4	0,9	22,5	3,2	0,03	удовлетворительно
4	22,4	0,9	22,72	2,81	0,11	удовлетворительно
5	21,1	0,9	24,53	5,89	0,58	удовлетворительно
6	22,3	0,9	23,1	4,9	0,16	удовлетворительно
7	22,2	0,9	25	10	0,28	удовлетворительно

На рисунке 1 представлена диаграмма, являющаяся графическим отображением оценки результата лаборатории по статистическому критерию.

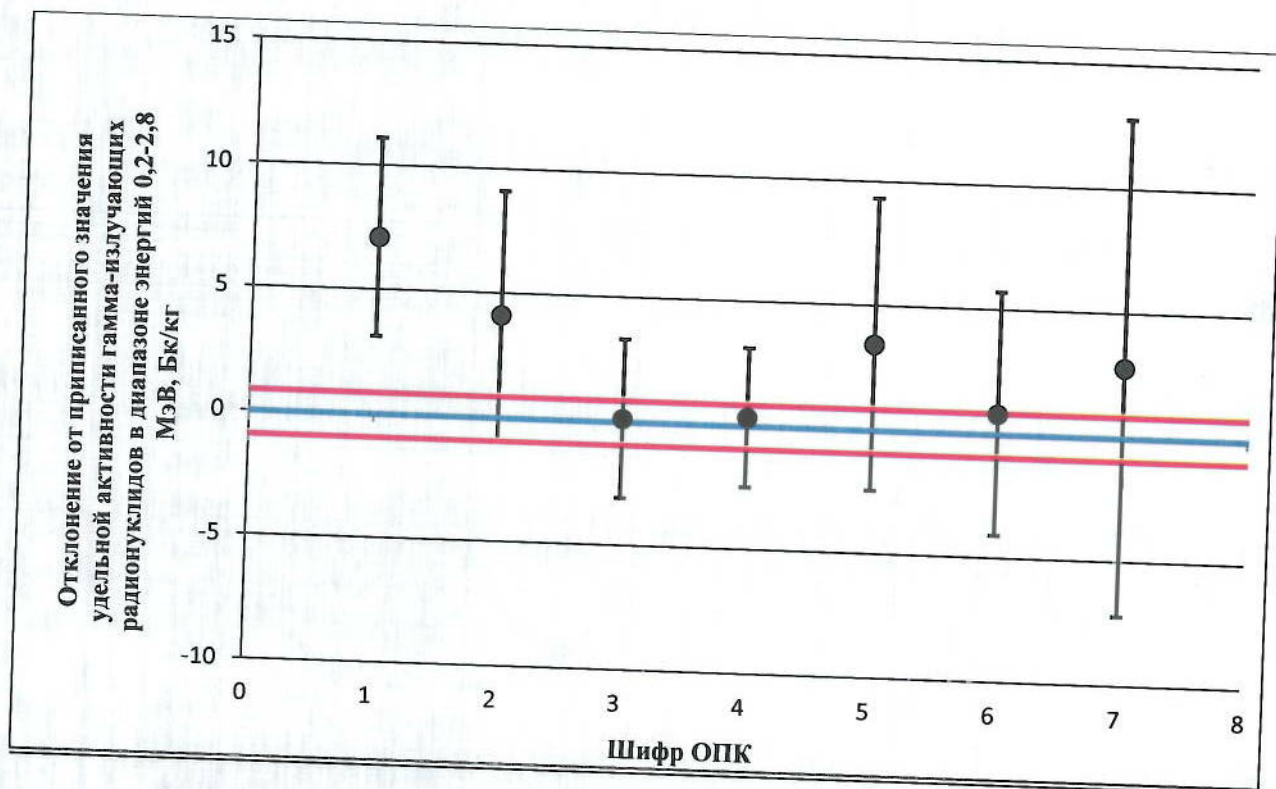


Рисунок 1 – Результаты определения удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

На диаграмме каждый результат представлен с указанием границ погрешности (неопределенности) измерения, указанной лабораторией.

Центральной линией обозначено отклонение от приписанного значения ОПК, интервал, ограниченный красными линиями, – границы неопределенности приписанного значения ОПК. Результаты измерений, погрешности (неопределенности) которых имеют пересечения с границами неопределенности ОПК и удовлетворяют значению статистического критерия  $E_n \leq 1$ , считаются удовлетворительными в границах заявленных погрешностей (неопределенностей).

По результатам анализа выявлено, что по показателю удельной активности гамма-излучающих радионуклидов имеется один неудовлетворительный результат измерения по статистическому критерию.

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

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

$$Z = \frac{x-c}{\sigma(\Delta_d)}, \quad (2)$$

где  $X$  – результат измерений;

$C$  – приписанное значение ОПК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$  – среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики измерений, равное  $\Delta/2$  (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 представлены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Результаты расчета Z-индекса при определении удельной активности гамма-излучающих радионуклидов

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, Бк/кг	Расширенная неопределенность приписанного значения, Бк/кг	Результат лаборатории, Бк/кг	Погрешность (расширенная неопределенность) результата лаборатории, Бк/кг	Z	Результат
1	22,9	0,9	30	4	3,55	неудовлетворительно
2	22,9	0,9	27	5	1,64	удовлетворительно
3	22,4	0,9	22,5	3,2	0,07	удовлетворительно
4	22,4	0,9	22,72	2,81	0,23	удовлетворительно
5	21,1	0,9	24,53	5,89	1,16	удовлетворительно
6	22,3	0,9	23,1	4,9	0,33	удовлетворительно
7	22,2	0,9	25	10	0,56	удовлетворительно

Значения Z-индекса коррелируют со значениями статистического критерия (таблица 1).

## 5. Вывод

В рамках проведенных межлабораторных сличительных испытаний было получено 14% неудовлетворительных результатов измерений (1 из 7 участвовавших лабораторий).

## 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).



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.

## 7. 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.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний участникам были выданы свидетельства об участии. Все свидетельства в качестве приложения содержат заключения с результатами измерений и указанием критериев их оценки.

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

Конец отчета