



# Метрологическое обеспечение межлабораторных сличений в области измерений активности радионуклидов среди предприятий ГК «РОСАТОМ»

**С.В. Сэпман, С.Г. Трофимчук, И.А. Харитонов,**

**ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»,**

**В.П. Тишков, О.С. Цветков,**

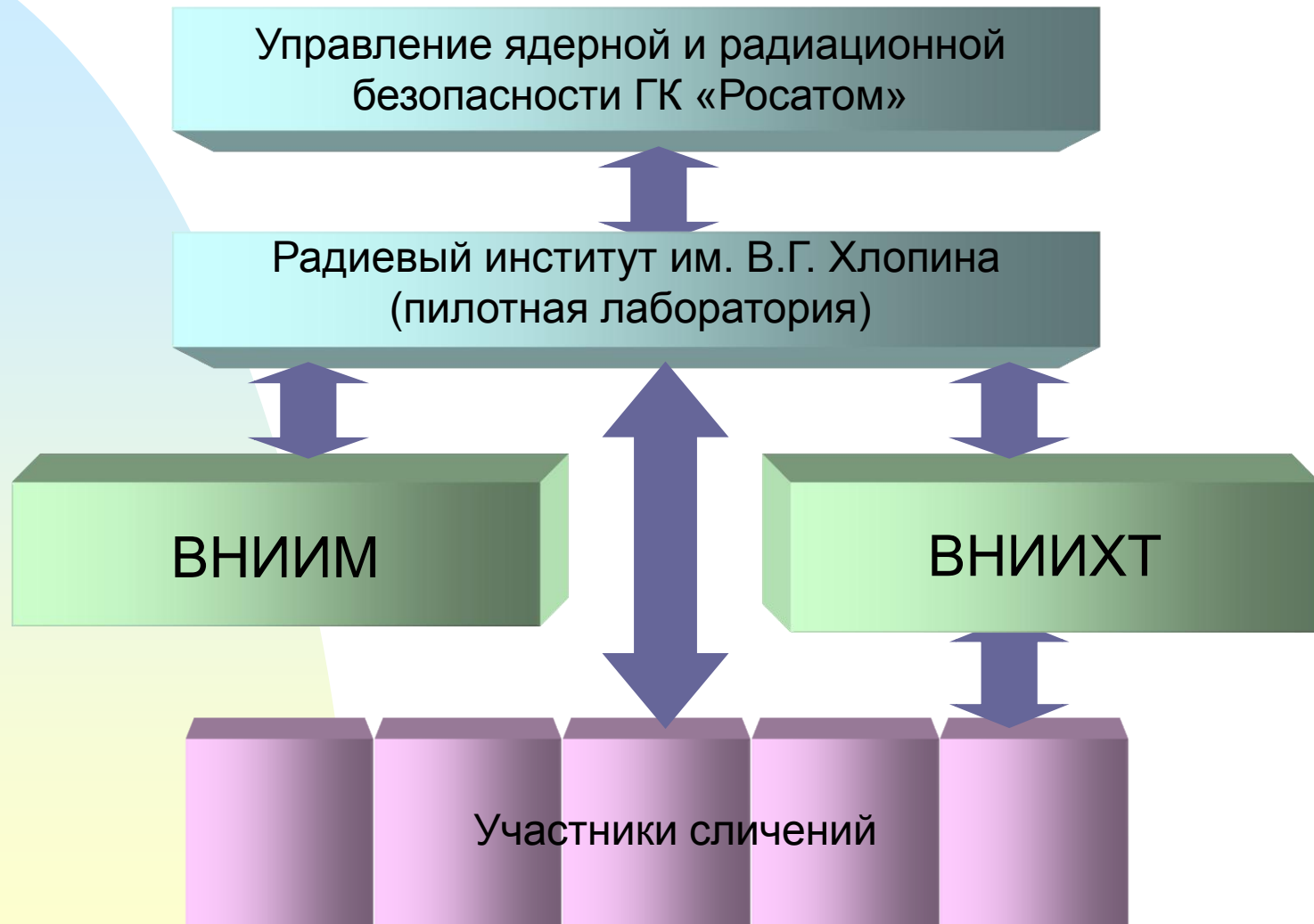
**ФГУП «НПО «Радиевый институт им.В.Г. Хлопина»**



## Цель сличений

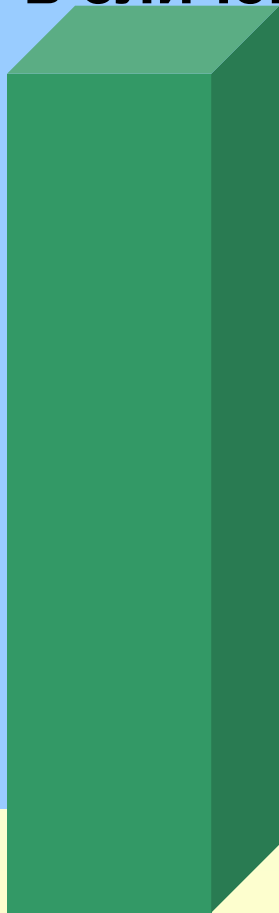
- оценка состояния измерений в отрасли
- проверка квалификации персонала лабораторий при выполнении измерений активности техногенных радионуклидов в образцах, имитирующих объекты окружающей среды

# Организационная структура сличений



# Статистика участников сличений

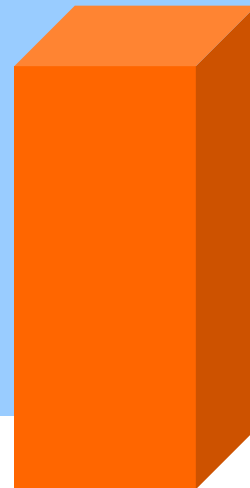
**приглашены к участию  
в сличениях 70 лабораторий**



**зарегистрировались  
в качестве участников  
47 лабораторий**



**представили  
результаты  
36 лабораторий**

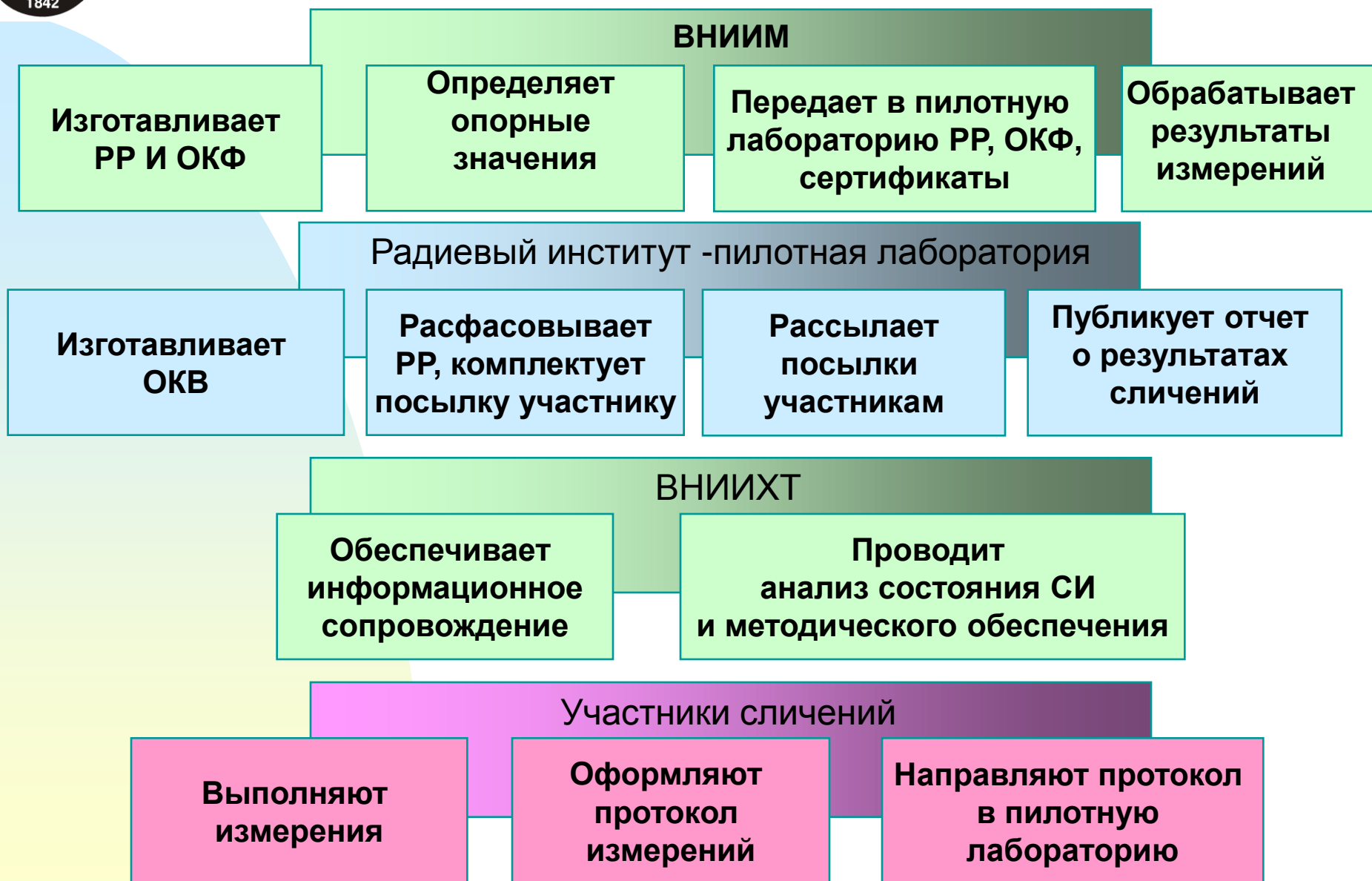




# Направления метрологического обеспечения сличений

- обоснование и выбор схемы проведения межлабораторных сличений
- изготовление образцов для контроля, имитирующих объекты окружающей среды
- разработка алгоритма обработки результатов измерений
- обработка и анализ результатов измерений

## Схема проведения сличений





## Алгоритм обработки данных

- ВНИИМ представляет(определяет) опорное значение активности радионуклидов в образцах и соответствующую расширенную неопределенность
- Лаборатория представляет результат измерений и соответствующую оценку его точности в виде доверительных границ относительной погрешности измерений активности радионуклидов в образце;
- Вычисляют нормализованное отклонение каждого результата от опорного значения как критерия статистической подконтрольности измерений;
- Проводят сравнение критерия с нормируемым значением и делают вывод о подтверждении уровня точности, заявленной лабораторией



# Метрологическое обеспечение изготовления образцов

Подготовка исходных концентрированных растворов радионуклидов

Измерение удельной активности радионуклидов в растворах абсолютными методами на эталонных установках из состава государственного первичного эталона единицы активности радионуклидов ГЭТ 6-95

Приготовление разбавленных растворов радионуклидов необходимой активности методом прецизионного разбавления концентрированных растворов

Приготовление раствора смеси радионуклидов плутоний-239, цезий-137, стронций-90+иттрий-90

Изготовление образцов для контроля воздушных фильтров

Контроль удельной активности радионуклидов в растворах и образцах, подготовленных для отправки в лаборатории





# СХЕМА ПОЭТАПНОГО РАЗБАВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ

Исходный концентрированный раствор  $^{137}\text{Cs}$   
в ампуле (5,011191 г),  $A_m=81900$  Бк/г

Разбавление № 1,  $k=16,1709$

Раствор №1  $^{137}\text{Cs}$ ,  $m=81,0471$  г,  $A_m=81900$  Бк/г

Аликвота раствора  $m=4,97777$  г

Разбавление № 2,  $k=28,64$

Раствор №2  $^{137}\text{Cs}$ ,  $m=123,022$  г,  $A_m=204,9$  Бк/г

Аликвота раствора  $m=99,79$  г

Разбавление № 3,  $k=10,00$

Раствор №3  $^{137}\text{Cs}$ ,  $m=998,25$  г,  $A_m=20,5$  Бк/г

← Ключевые  
сличения  
эталона ВНИИМ с  
национальными  
эталонами  
единиц  
активности  
радионуклидов  
ВІРМ.RI(II)-K1.-  
-Cs-137 (2007 г.)

## Исходные концентрированные растворы

№	Радионуклид	Удельная активность, кБк/г	Масса, г	Расширенная неопределенность, % (k=2)
1/1231	$^{137}\text{Cs}$	81,9	5,0119	1,0
2/1232	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	97,1	4,9659	1,5
3/1233	$^{239}\text{Pu}$	132,5	5,1377	1,5

## Разбавленные растворы

№	Радионуклид	Удельная активность, Бк/г	Масса, г	Расширенная неопределенность, % (k=2)
1	$^{137}\text{Cs}$	3,44	996,24	1,2
	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	3,80	996,24	1,7
	$^{239}\text{Pu}$	1,45	996,24	1,7
2	$^{239}\text{Pu}$	0,8654	1492,88	1,7



## Эталонные растворы

№	Радионуклид	Удельная активность, Бк/г	Масса, г	Расширенная неопределенность, % (k=2)
ЭР №6-3	$^{242}\text{Pu}$	1,10	2054,48	2,5
ЭР №7	$^{137}\text{Cs}$	20,5	998,25	1,2
ЭР №8	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	21,0	1201,79	1,7
ЭР №9-2	$^3\text{H}$	21,1	2000	5
ЭР №9-3	$^3\text{H}$	3,7	2000	5

## Комплект для рассылки участникам сличений

№	Радионуклид	Удельная активность, Бк/г	Масса, г	Расширенная неопределенность, % (k=2)
КО-№1	$^{137}\text{Cs}$	3,44	7,0	1,2
	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	3,80	7,0	1,7
	$^{239}\text{Pu}$	1,45	7,0	1,7
КО-№2	$^{239}\text{Pu}$	0,865	7,0	1,7
КО-№3	$^3\text{H}$	21,1	7,0	5
КОФ №4 (фильтр 2 шт.)	$^{137}\text{Cs}$	2,10	-	1,2
	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	2,32	-	1,7
	$^{239}\text{Pu}$	0,885	-	1,7
ЭР №1-Pu	$^{242}\text{Pu}$	1,10	7,0	2,8
ЭР №2-Cs	$^{137}\text{Cs}$	20,5	7,0	1,2
ЭР №3-Sr	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	21,0	7,0	1,7
ЭР №4-T	$^3\text{H}$	3,7	7,0	5

# Типы межлабораторных сличений

## Типы межлабораторных сличений

Сличения, целью которых является определение параметра некоторого исследуемого объекта (характеристика объекта исследования)

МИ 2838-03 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Общие требования к программам и методикам аттестации;  
ГОСТ 8.532-02 ГСИ. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация.  
Содержание и порядок проведения работ.

Сличения, направленные на исследование свойств методов измерений, стандартизованных методик выполнения измерений (характеристика метода исследования)

ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Сличения, направленные на оценивание (контроль) качества результатов измерений, выполняемых лабораториями-участниками  
(характеристика качества измерений лаборатории).

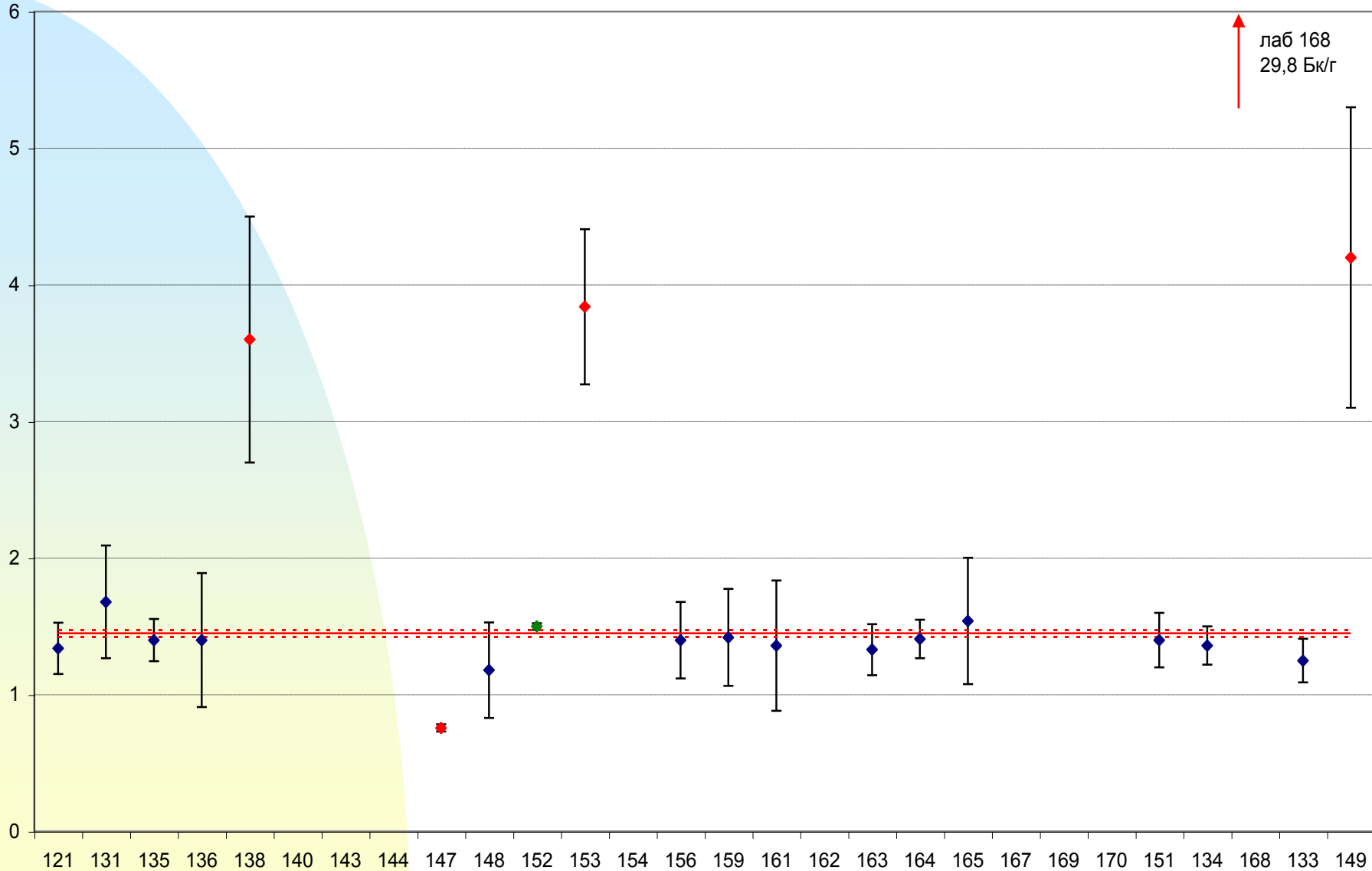
ISO 13528 Статистические методы при межлабораторных экспериментах, проводимых с целью проверки качества испытаний;  
МИ 50.2.050-05 ГСИ. Средства поверки одинакового уровня точности. Проверка качества поверочных и калибровочных работ посредством межлабораторных измерений;  
МИ 2236-92 ГСИ. Средства поверки одинакового уровня точности.  
Правила выполнения контроля методом межлабораторных сличений.

## Задачи, решаемые при анализе и оценивании данных сличений

- ◆ Экспериментальное подтверждение заявляемых участниками характеристик точности;
- ◆ Выявление несогласованных результатов измерений, анализ возможных причин, рекомендации по дальнейшим действиям;
- ◆ Оценивание фактического уровня точности и воспроизводимости результатов участников сличений.

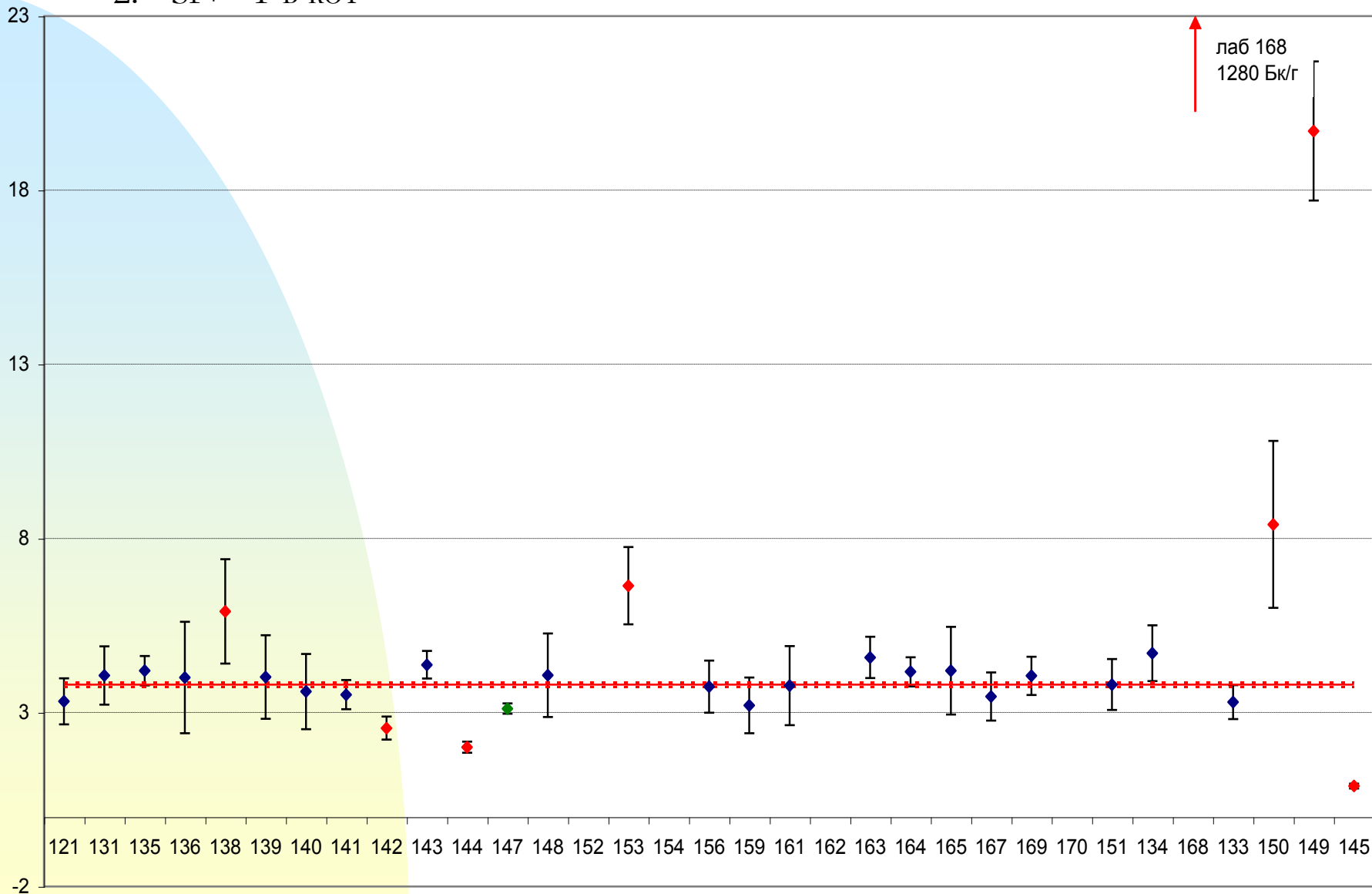
# Исходные данные

1.  $^{239}\text{Pu}$  в КО1



# Исходные данные

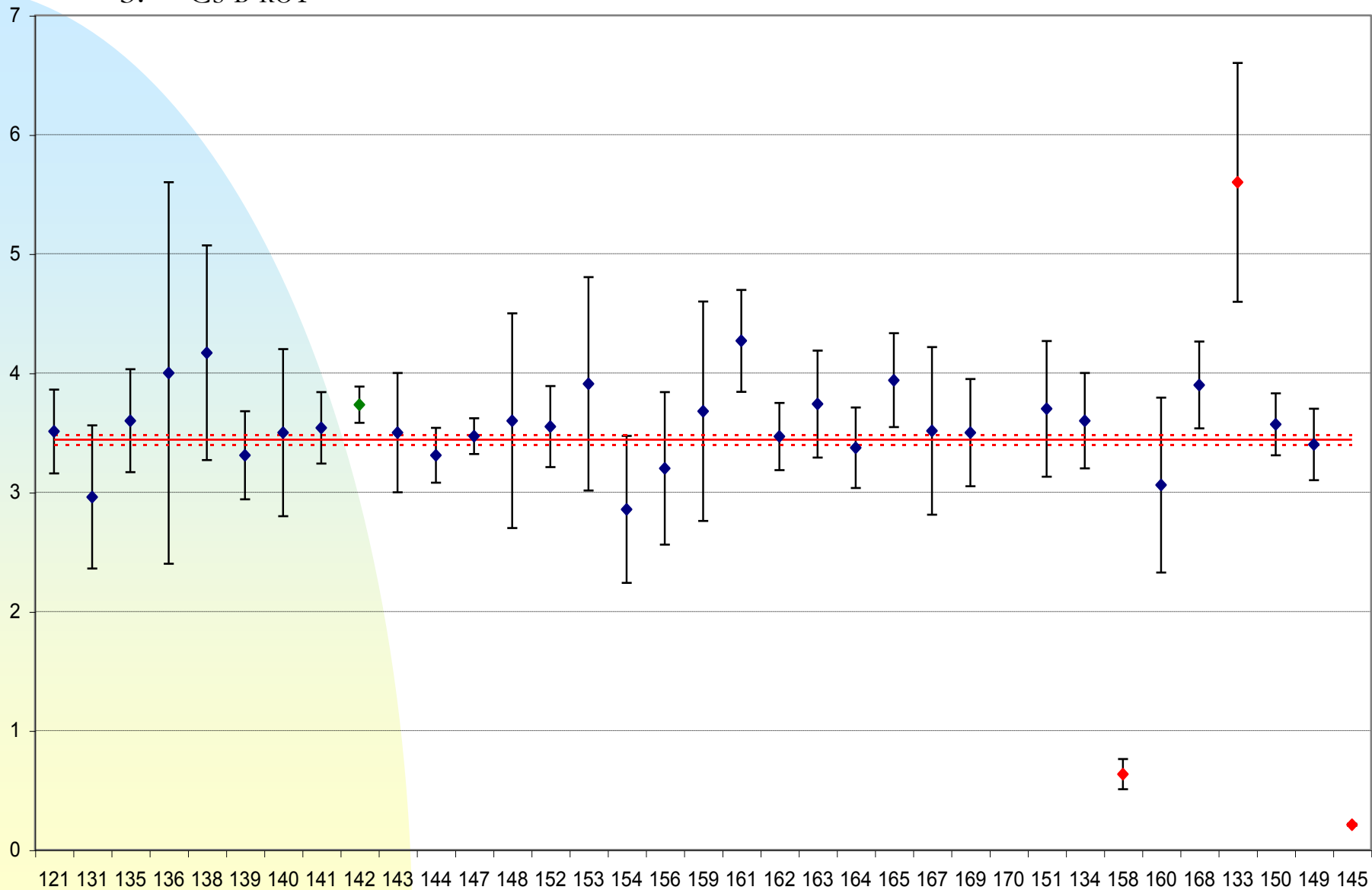
2.  $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$  в КО1





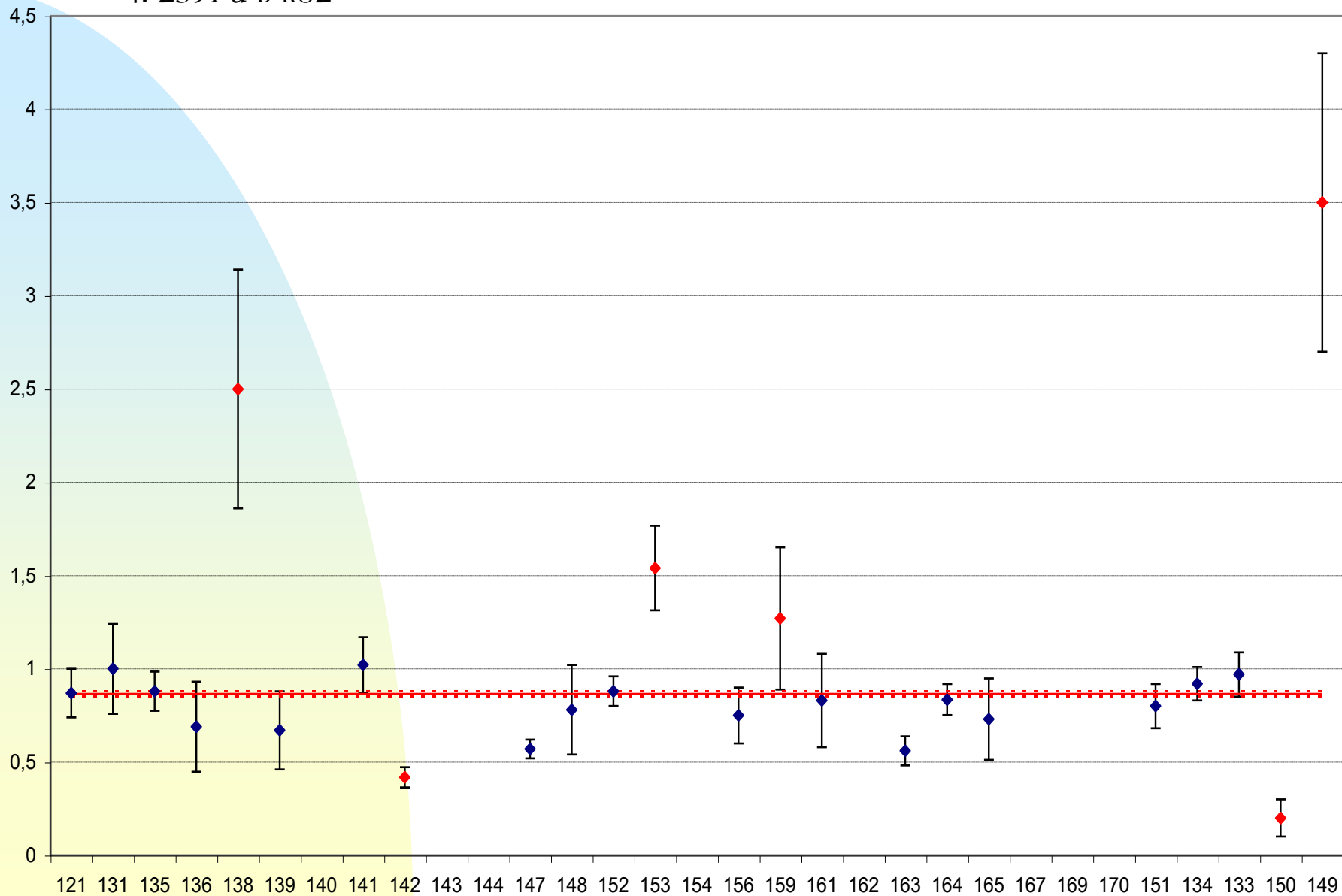
# Исходные данные

3.  $^{137}\text{Cs}$  в КО1



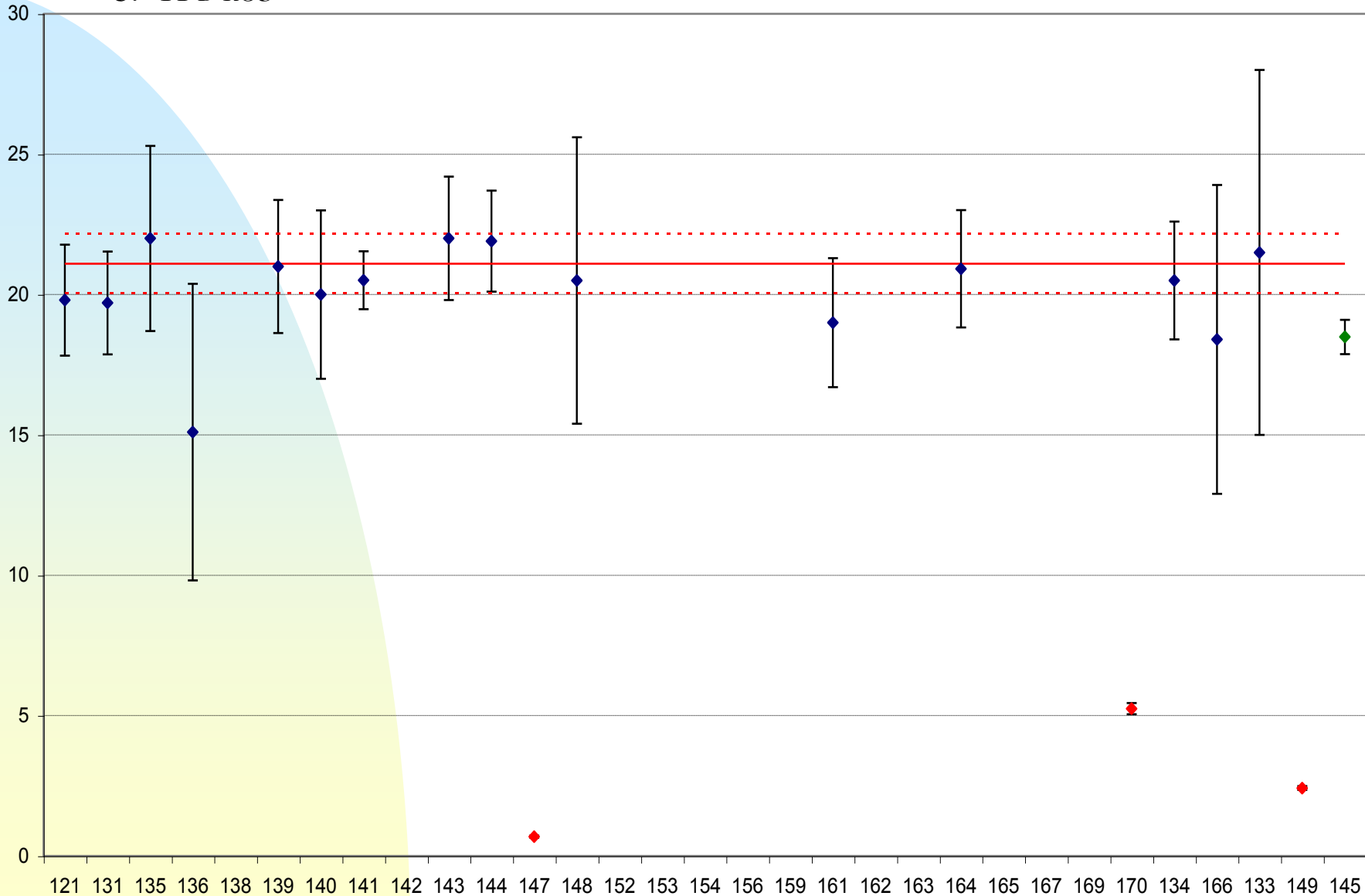
# Исходные данные

## 4. $^{239}\text{Pu}$ в $\text{CO}_2$



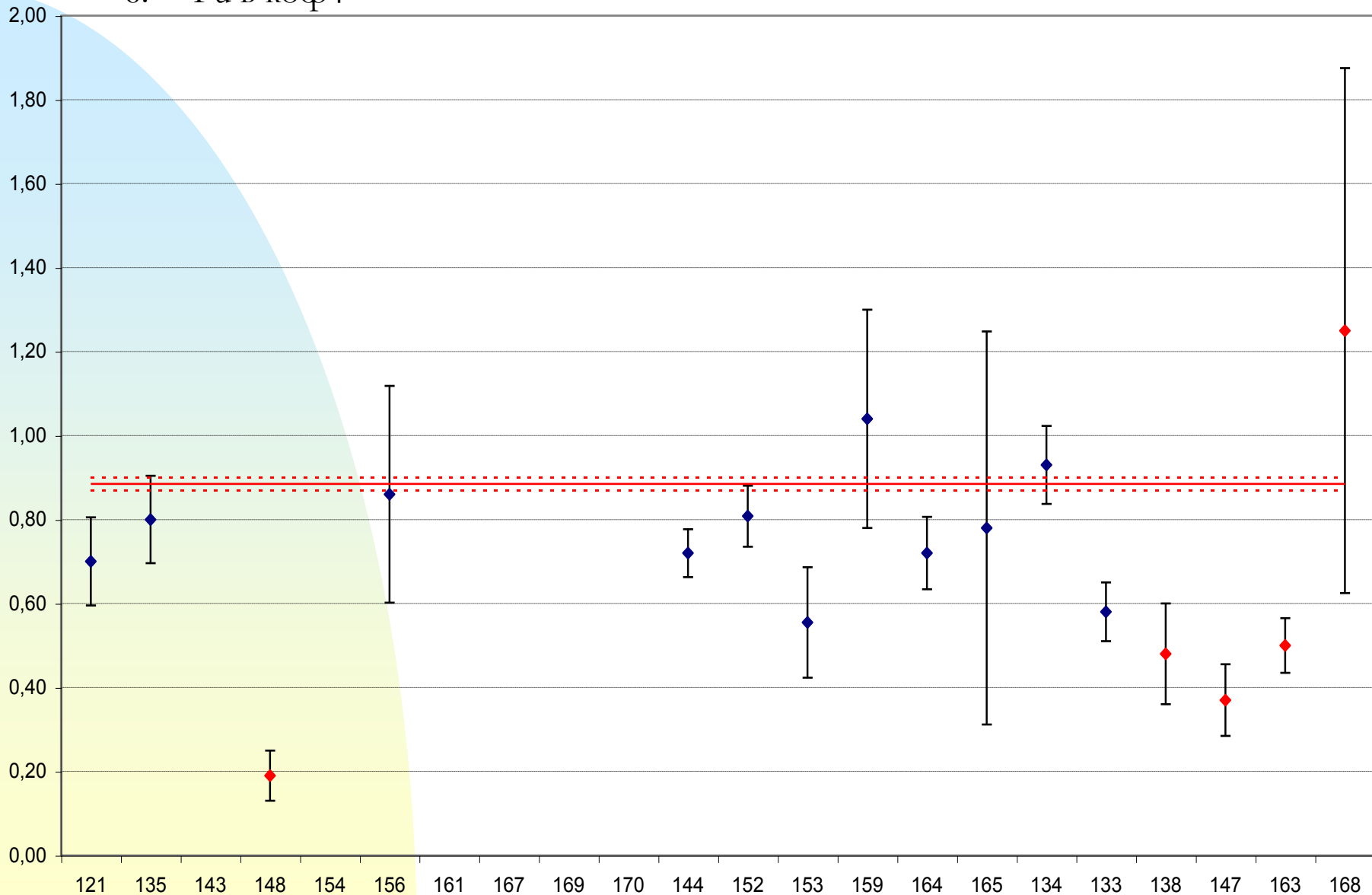
# Исходные данные

5.  $^3\text{H}$  в КОЗ



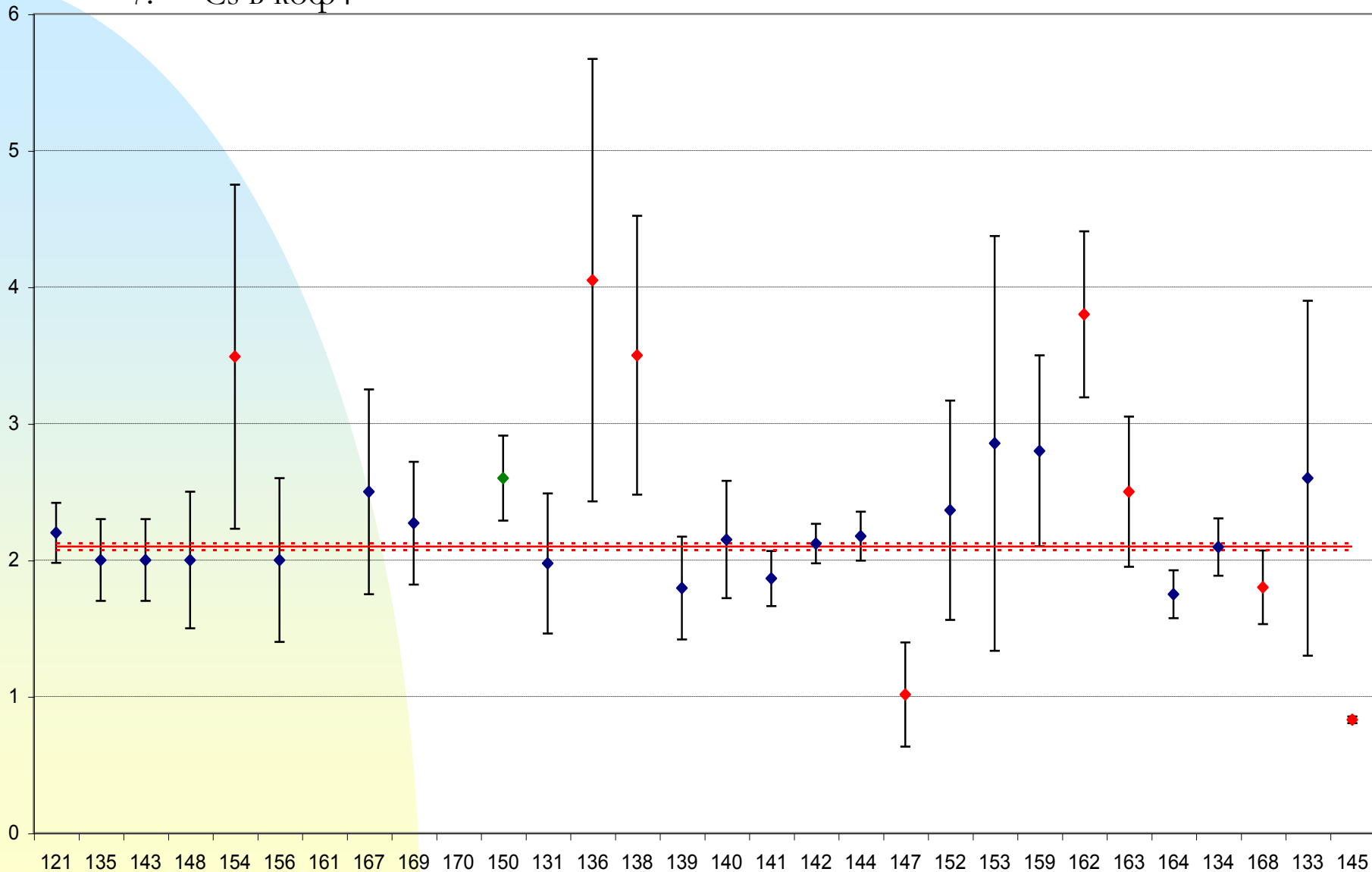
# Исходные данные

6.  $^{239}\text{Pu}$  в коф4



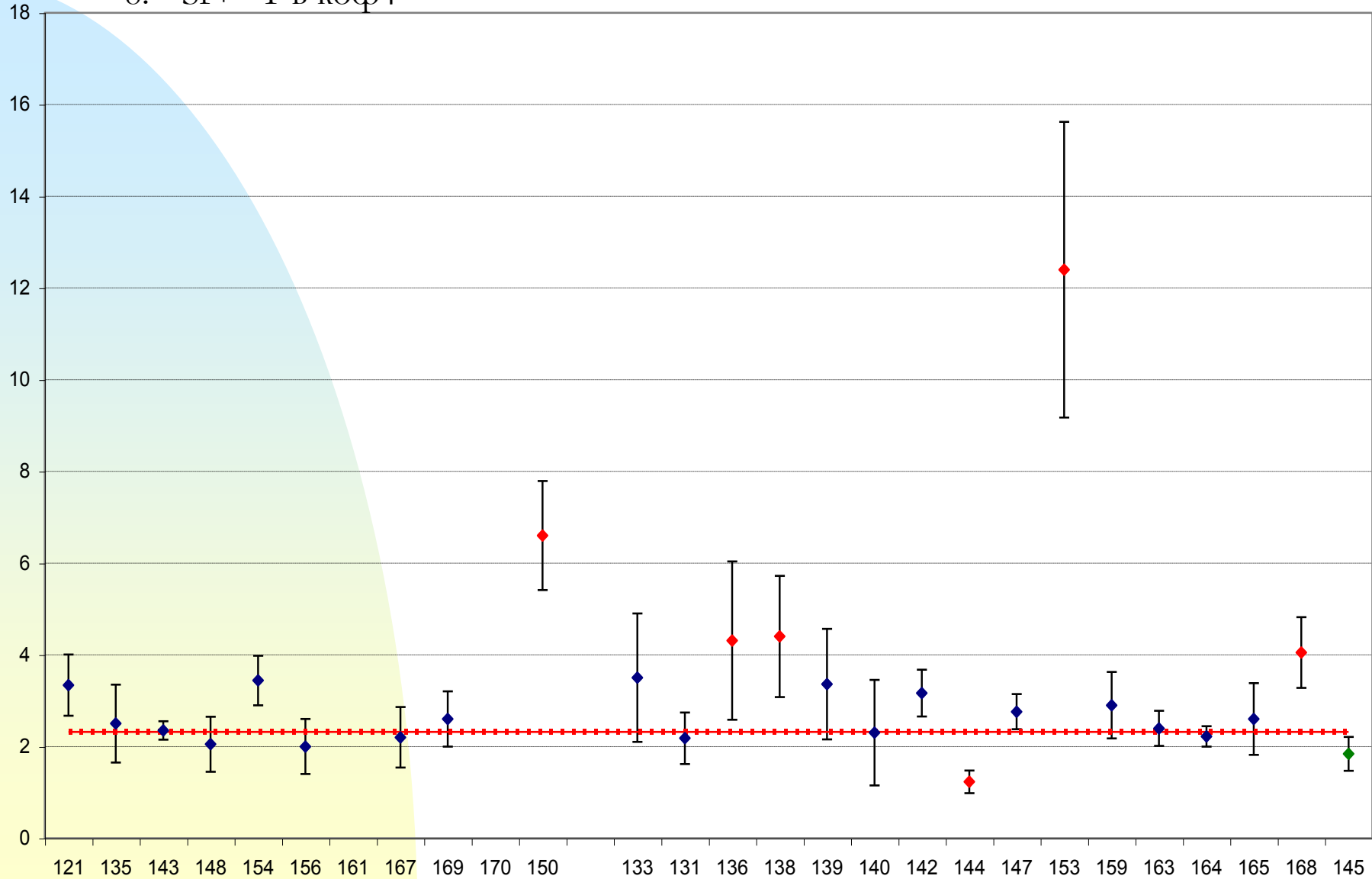
# Исходные данные

7.  $^{137}\text{Cs}$  в коф4



# Исходные данные

8.  $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$  в коф4



# Этапы обработки

Оценивание данных сличений включало два последовательных этапа:

1. Данные анализировались с помощью критерия  $E_n$ ,

$$E_n = \frac{|x_i - x_{ref}|}{2\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{ref})}}$$

Если для  $i$ -той лаборатории значение  $E_n$  не превосходит единицы, то это являлось основанием для признания уровня точности измерений, заявленного лабораторией. Существуют две основные причины для превышения допустимого уровня критерия:

- ◆ Результат измерения существенно отклонился от опорного значения,
- ◆ Лаборатория заявила слишком маленькую неопределенность.

Таким образом, на первом этапе были выявлены и исключены из дальнейшего рассмотрения выбросы. Кроме того, значения неопределенности для части результатов были увеличены до минимальных правдоподобных значений, что позволило сохранить эти данные при дальнейшем анализе.

# Этапы обработки

2. Задачей второго этапа обработки было выделение согласованной группы результатов и оценивание фактического уровня воспроизводимости измерений в разных лабораториях по результатам измерений в этой группе. Принадлежность результата выделенной группе проверялось с использованием критерия  $z$  :

$$z_i = \frac{x_i - x_{ref}}{2\sigma}$$

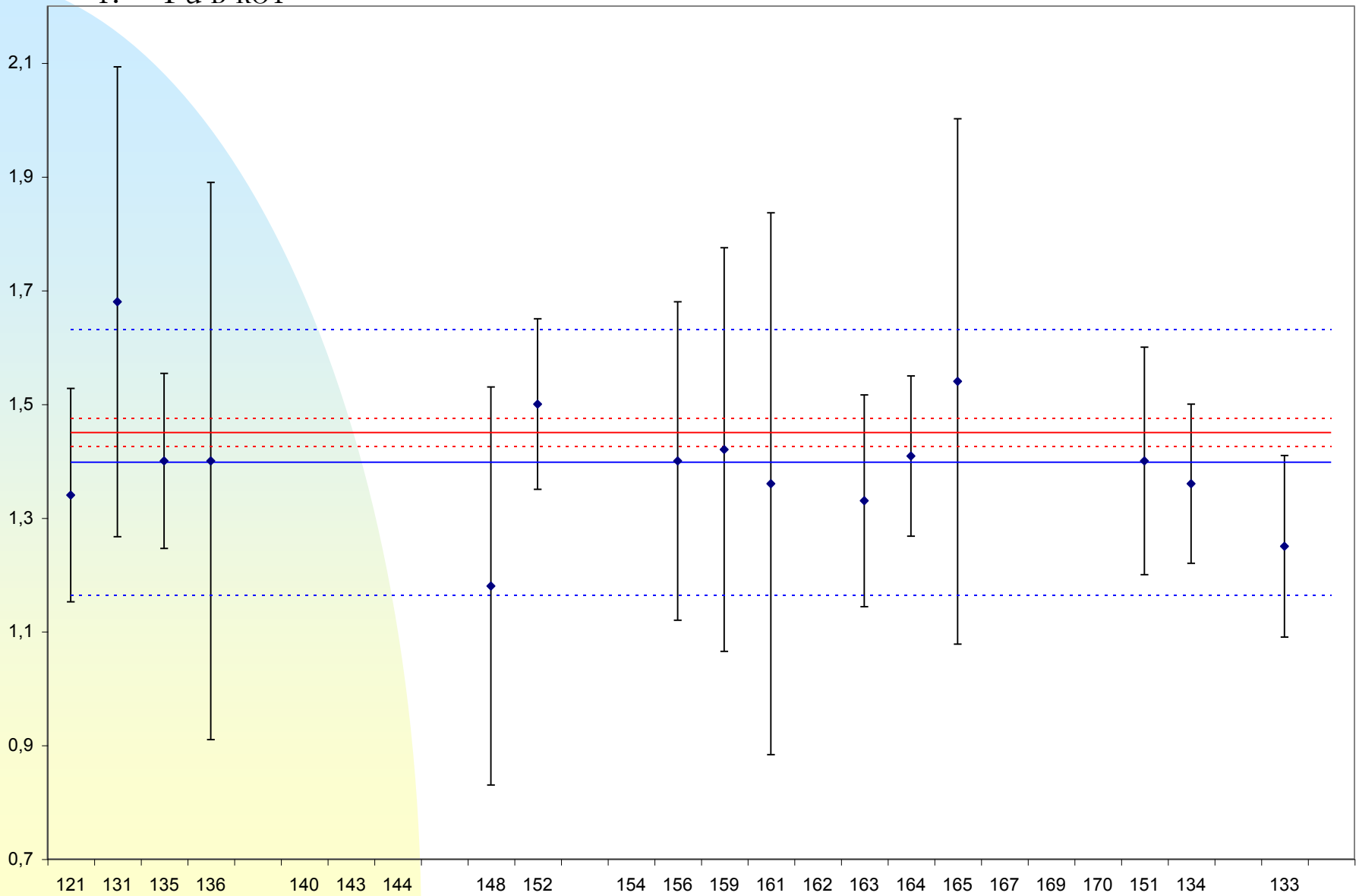
Если значение критерия  $z$  для некоторой лаборатории превосходит 1, то это говорит о том, что результаты этой лаборатории существенно отличаются от результатов остальных лабораторий.

В ходе анализа результаты проверялись по двум статистическим критериям  $En$  и  $z$ , при этом из рассмотрения исключались только те результаты, которые не проходили по обоим критериям. Для оставшейся группы данных вычислялось среднее значение и выборочное СКО.



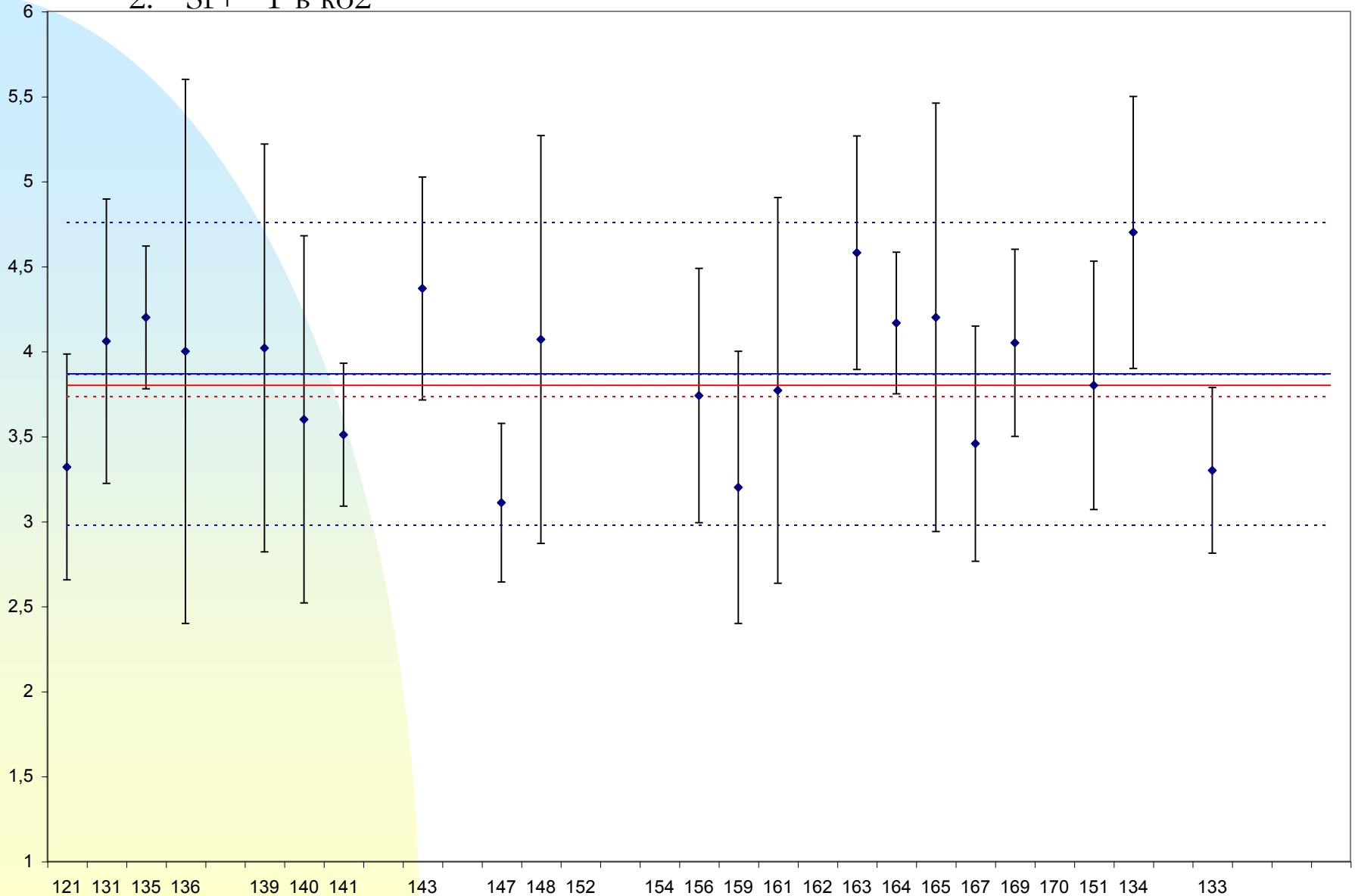
# Окончательные результаты

1.  $^{239}\text{Pu}$  в КО1



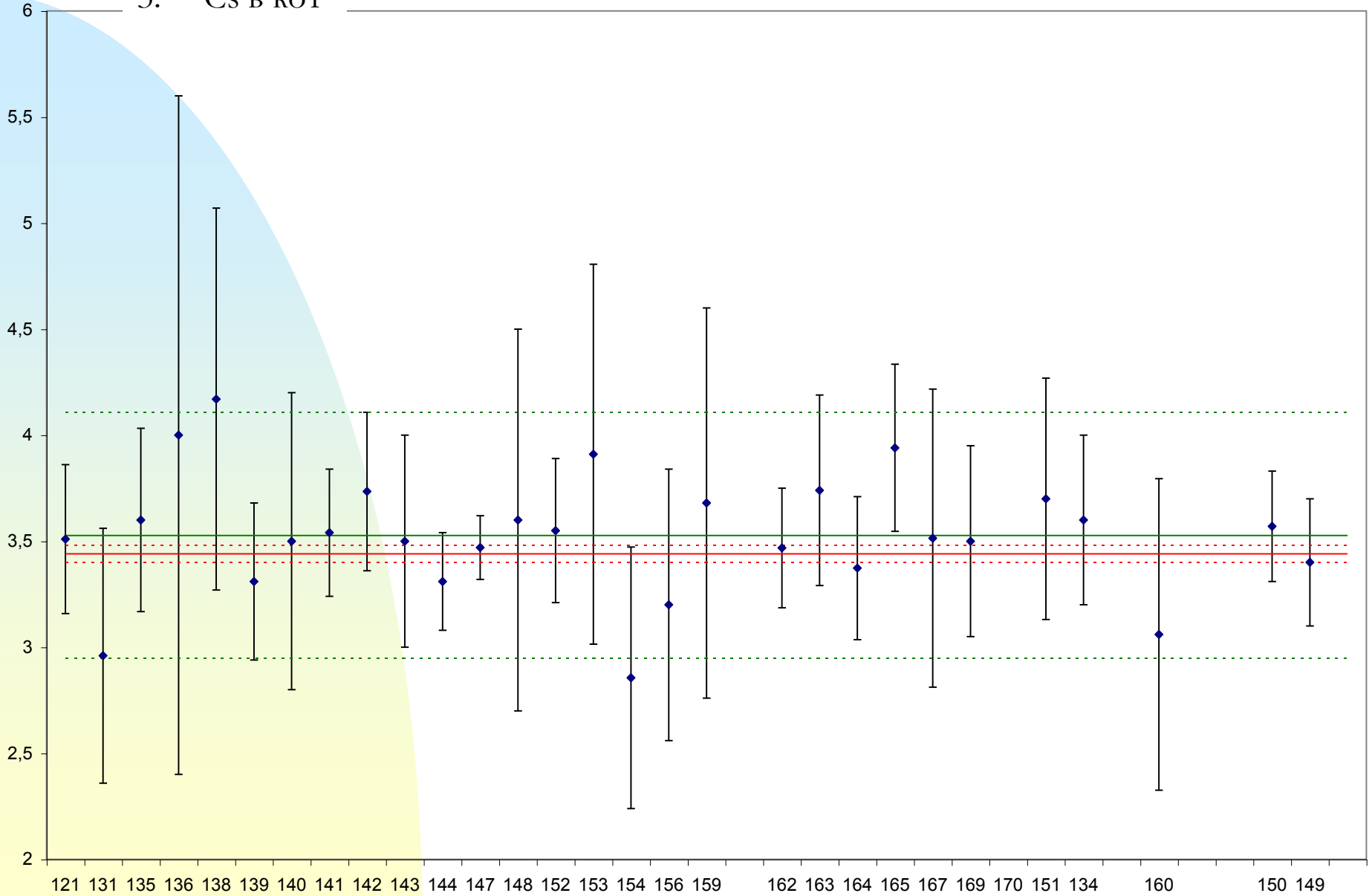
# Окончательные результаты

2.  $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$  в  $\text{CO}_2$



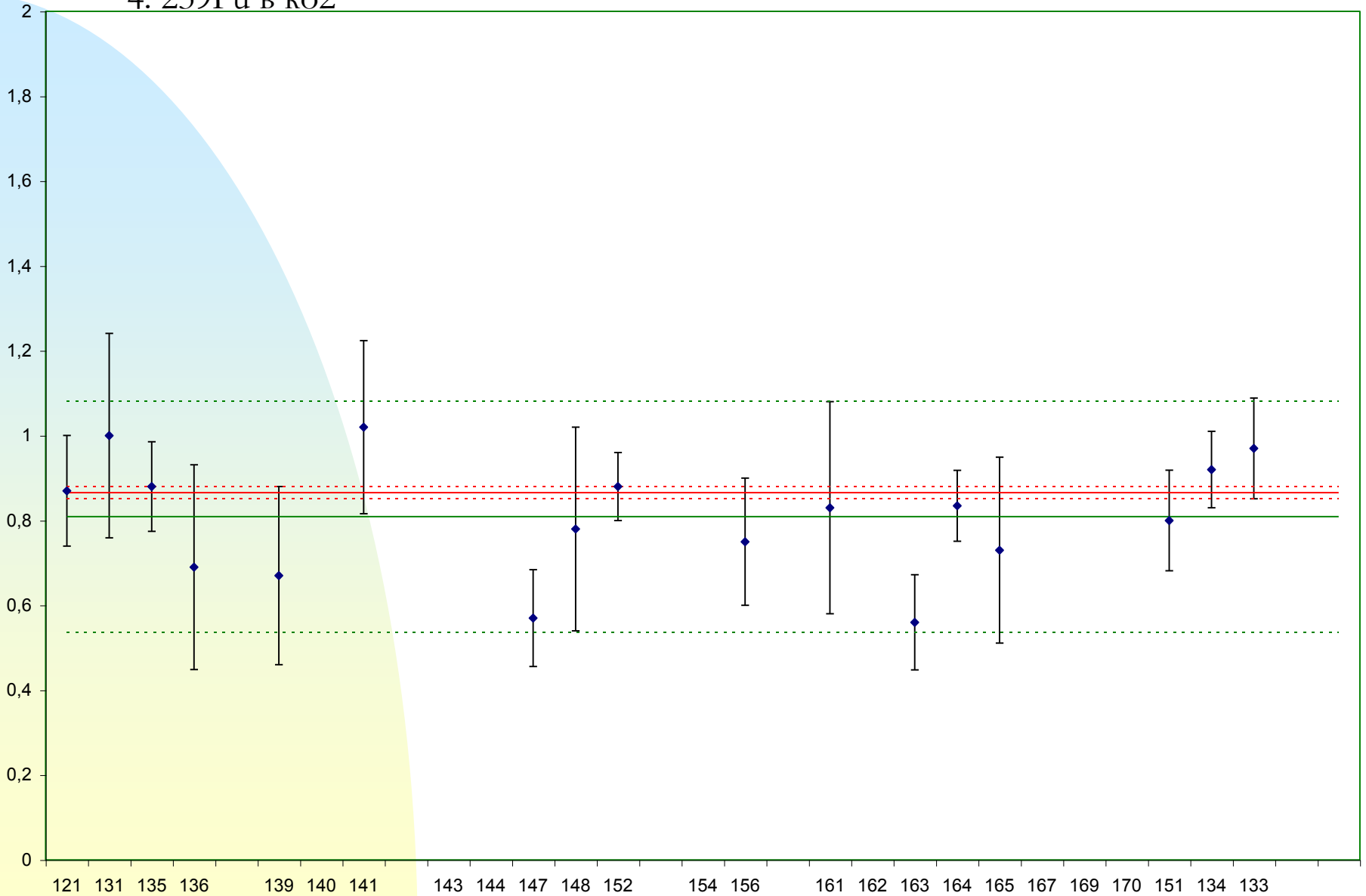
# Окончательные результаты

3.  $^{137}\text{Cs}$  в КО1



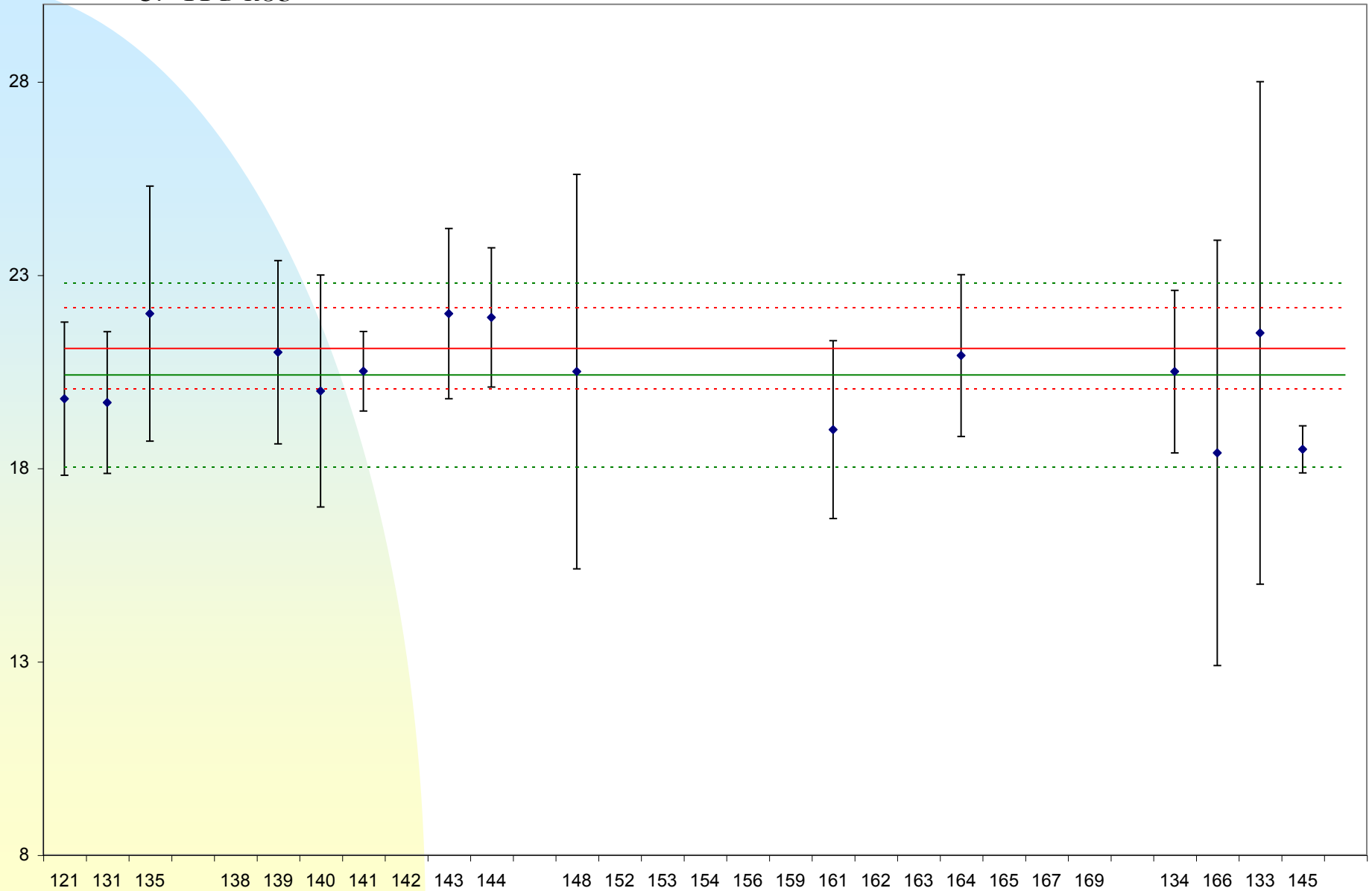
# Окончательные результаты

## 4. $^{239}\text{Pu}$ в $\text{CO}_2$



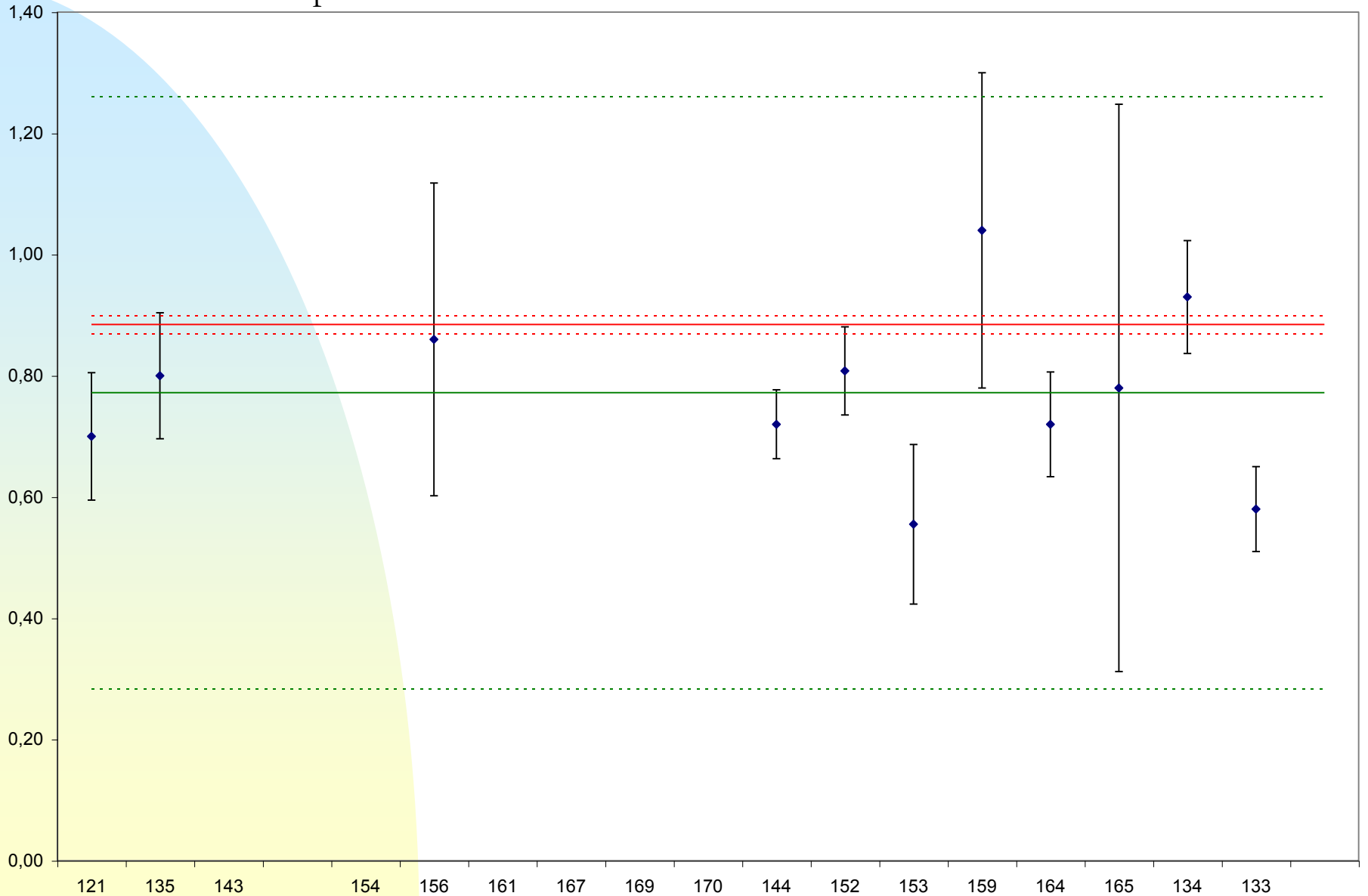
# Окончательные результаты

5.  $^3\text{H}$  в КОЗ



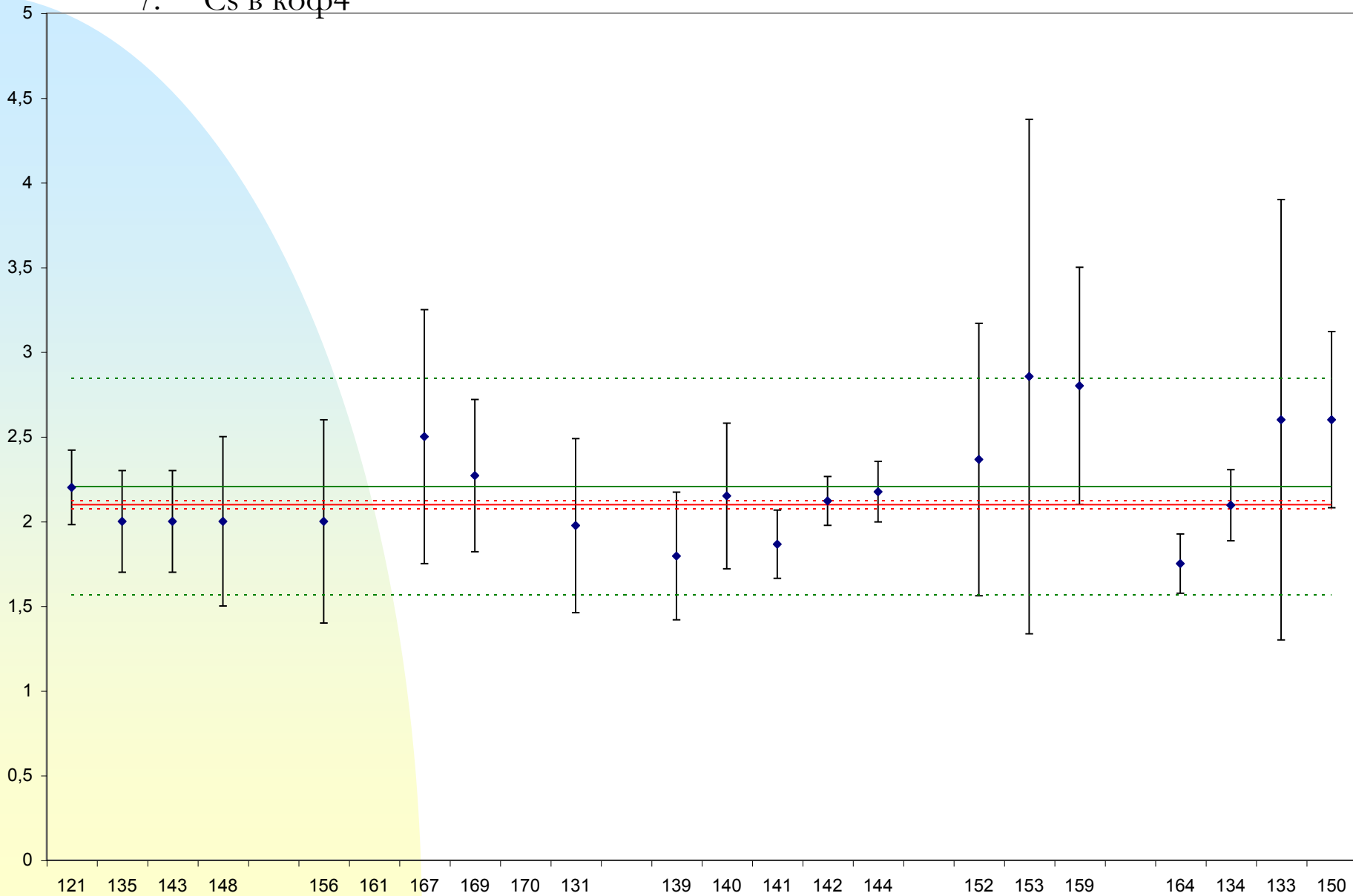
# Окончательные результаты

б.  $^{239}\text{Pu}$  в коф4



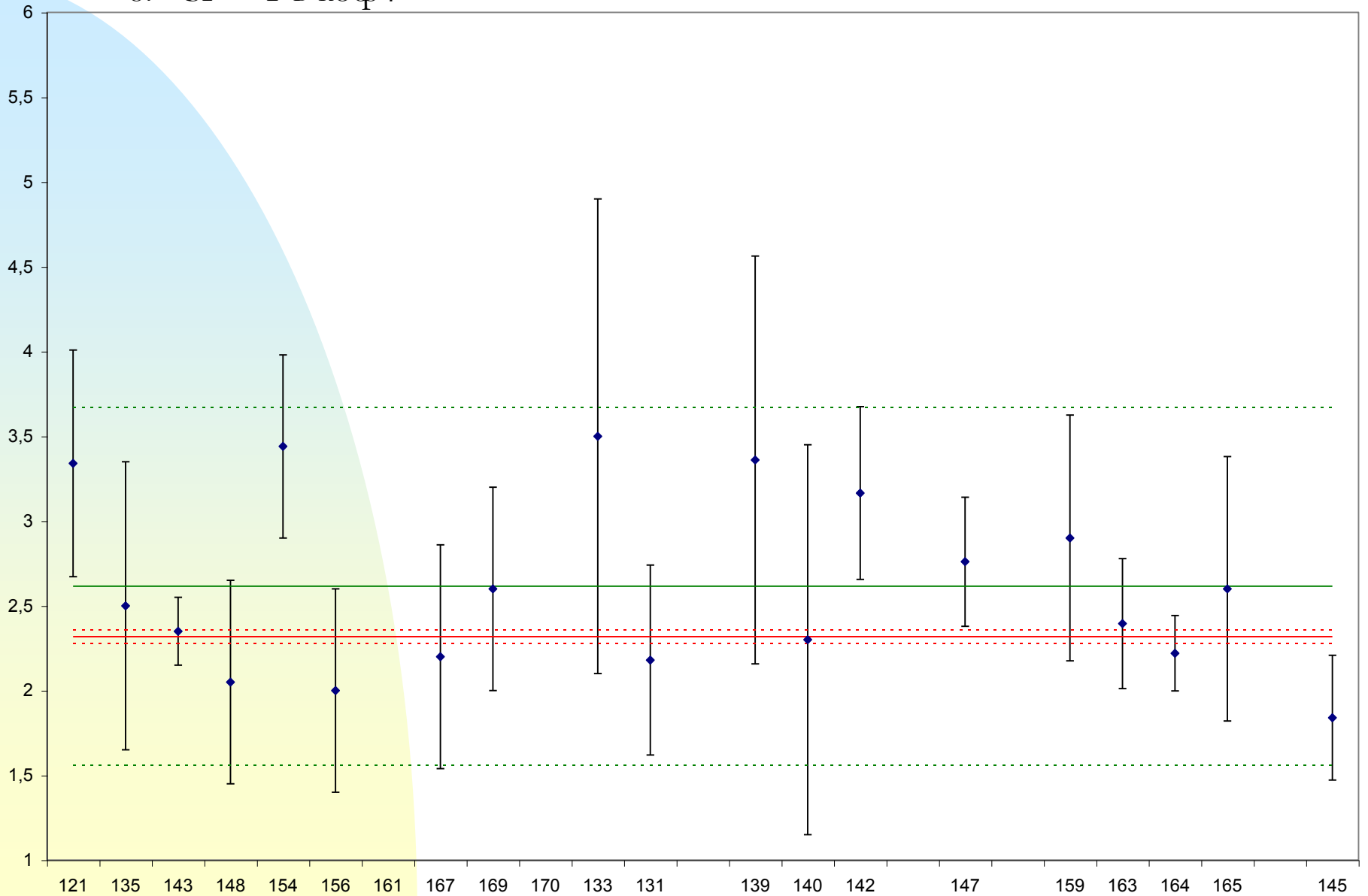
# Окончательные результаты

7.  $^{137}\text{Cs}$  в коф4



# Окончательные результаты

8.  $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$  в коф4







# ВЫВОДЫ

- Большинство лабораторий участников (75%) представило результаты измерений близкие к опорному значению и адекватно оценило погрешность своих результатов. Это свидетельствует о наличии единства измерений активности радионуклидов в отрасли и лабораториях других ведомств, принявших участие в сличениях;
- Значительный разброс в значениях погрешности результатов измерений, представленных лабораториями, подтвердил правильность выбранного способа проведения сличений на данном этапе в виде «профессионального теста»;
- Применение при сличениях образцов, для которых обеспечена прослеживаемость измерений единицы активности от государственного эталона и, посредством ключевых сличений, от международных национальных эталонов, гарантировало объективность и достоверность принятых опорных значений;
- Результаты сличений подтвердили важность роли метрологического обеспечения при их проведении и необходимость дальнейшего совершенствования методов обработки результатов сличений, при условии проведения сличений на постоянной основе;
- Перспективные направления метрологического обеспечения сличений будут ориентированы на определение круга лабораторий, обладающих высокой квалификацией, и решения вопросов стандартизации методов выполнения измерений в отрасли и обеспечения отрасли стандартными образцами.

# Выводы

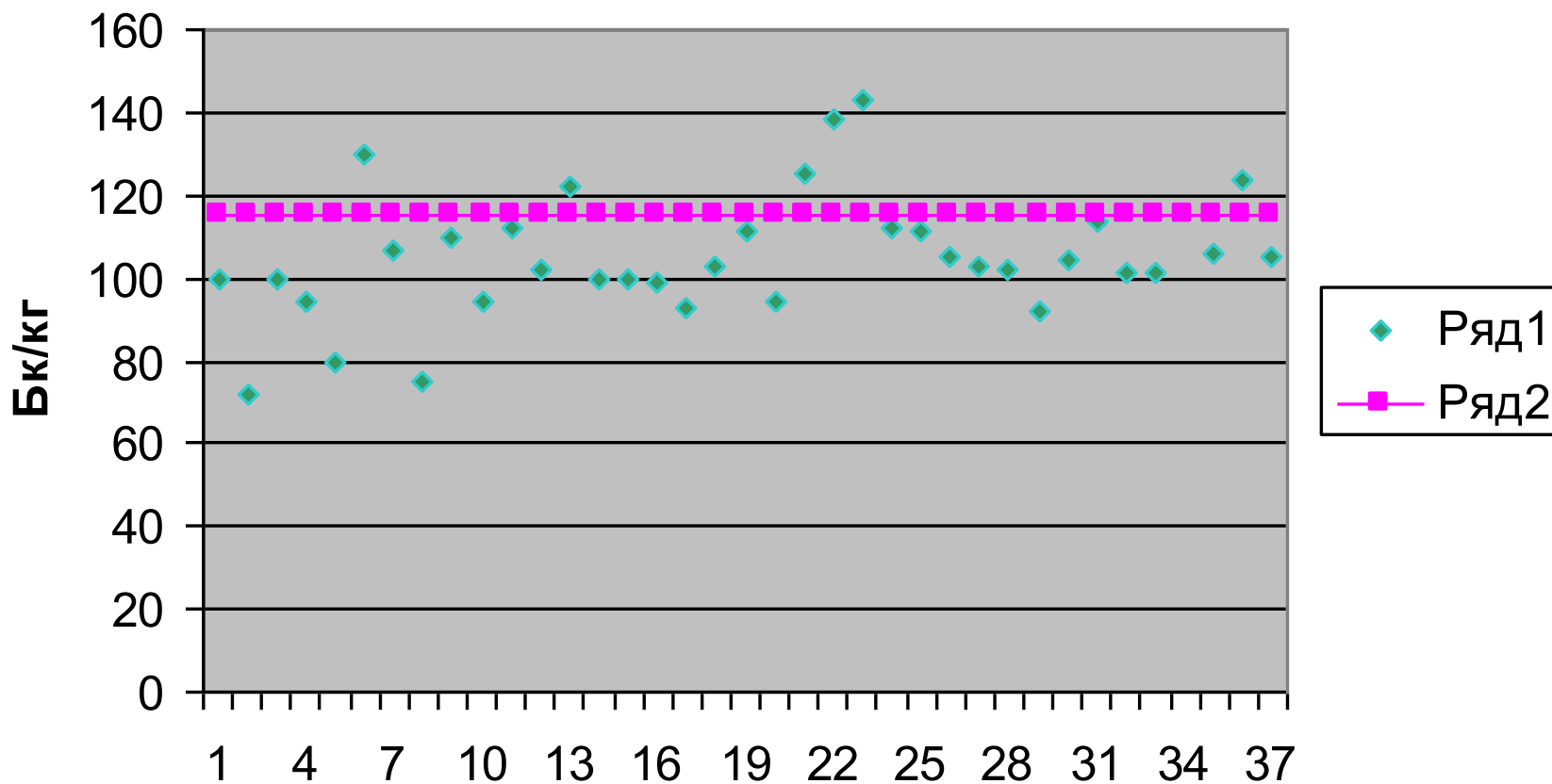
1. Большинство лабораторий (75%), принявших участие в сличениях, представило результаты измерений, близкие к опорному значению.
2. Уровень точности, заявленный лабораториями, существенным образом отличается друг от друга, хотя обоснованных оснований для этого на первый взгляд нет. Разброс значений оцененной погрешности измерений составляет от 5 до 35 %.
3. Часть результатов измерений (46 из общего числа результатов-194) были исключены из рассмотрения как выбросы. Для 9 лабораторий из 36, для которых выбросами оказалось более 50% представленных ими результатов, результаты измерений были исключены из дальнейшего рассмотрения.
4. В результате оценивания данных сличений были выявлены группы согласованных лабораторий по каждому нуклиду и определены соответствующие показатели воспроизводимости измерений – СКО воспроизводимости (Таблица 2). Удвоенное СКО воспроизводимости, которое варьируется в диапазоне от 10% до 30%, является ориентиром для реальных оценок погрешности измерений конкретного радионуклида.

## Выводы

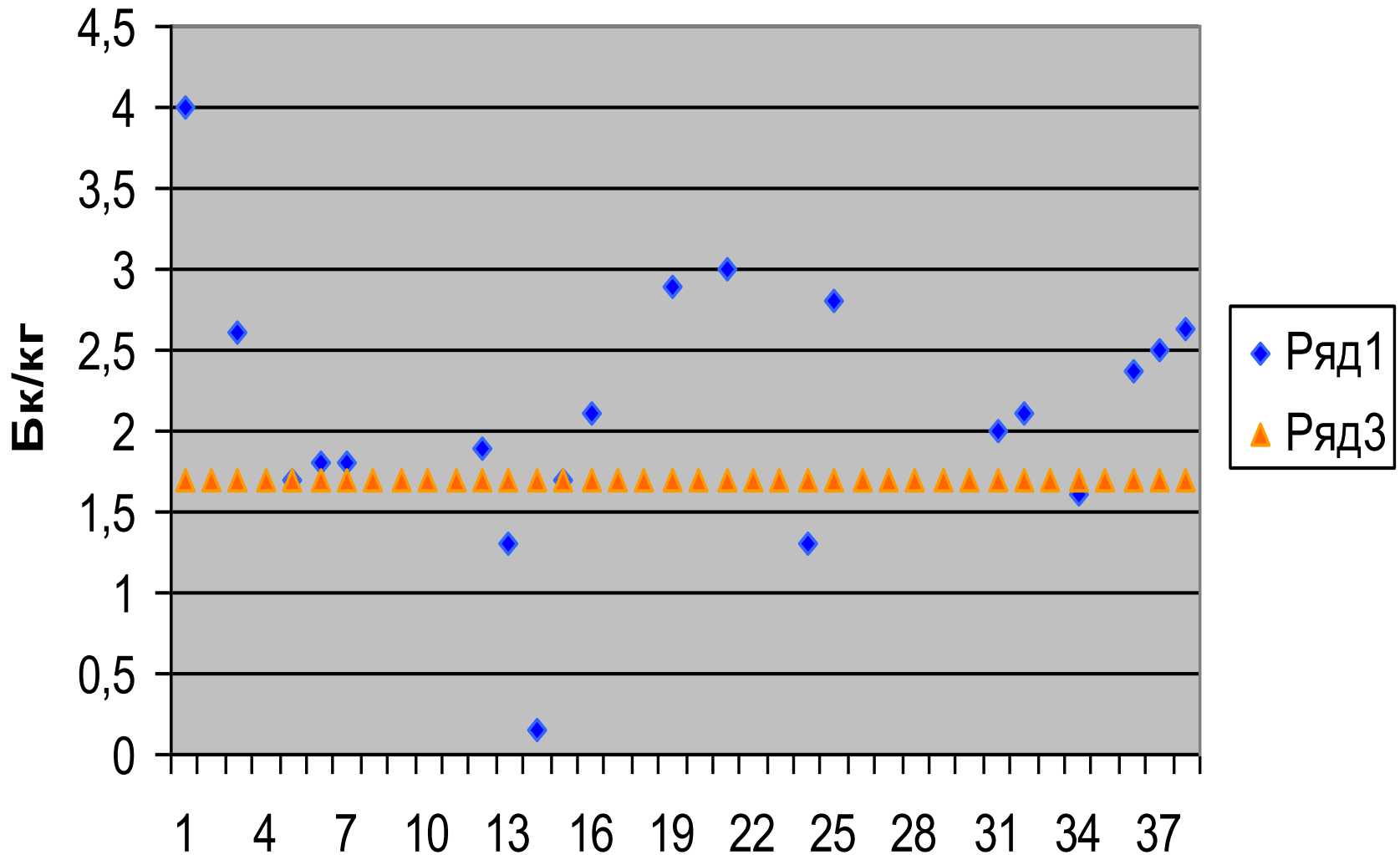
Вид образца	Наименование радионуклида	Воспроизводимость, %
Вода (смесь радионуклидов)	$^{239}\text{Pu}$	16
	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	23
	$^{137}\text{Cs}$	17
Вода	$^3\text{H}$	11
	$^{239}\text{Pu}$	32
Фильтр	$^{239}\text{Pu}$	11
	$^{137}\text{Cs}$	30
	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	30

Зетап

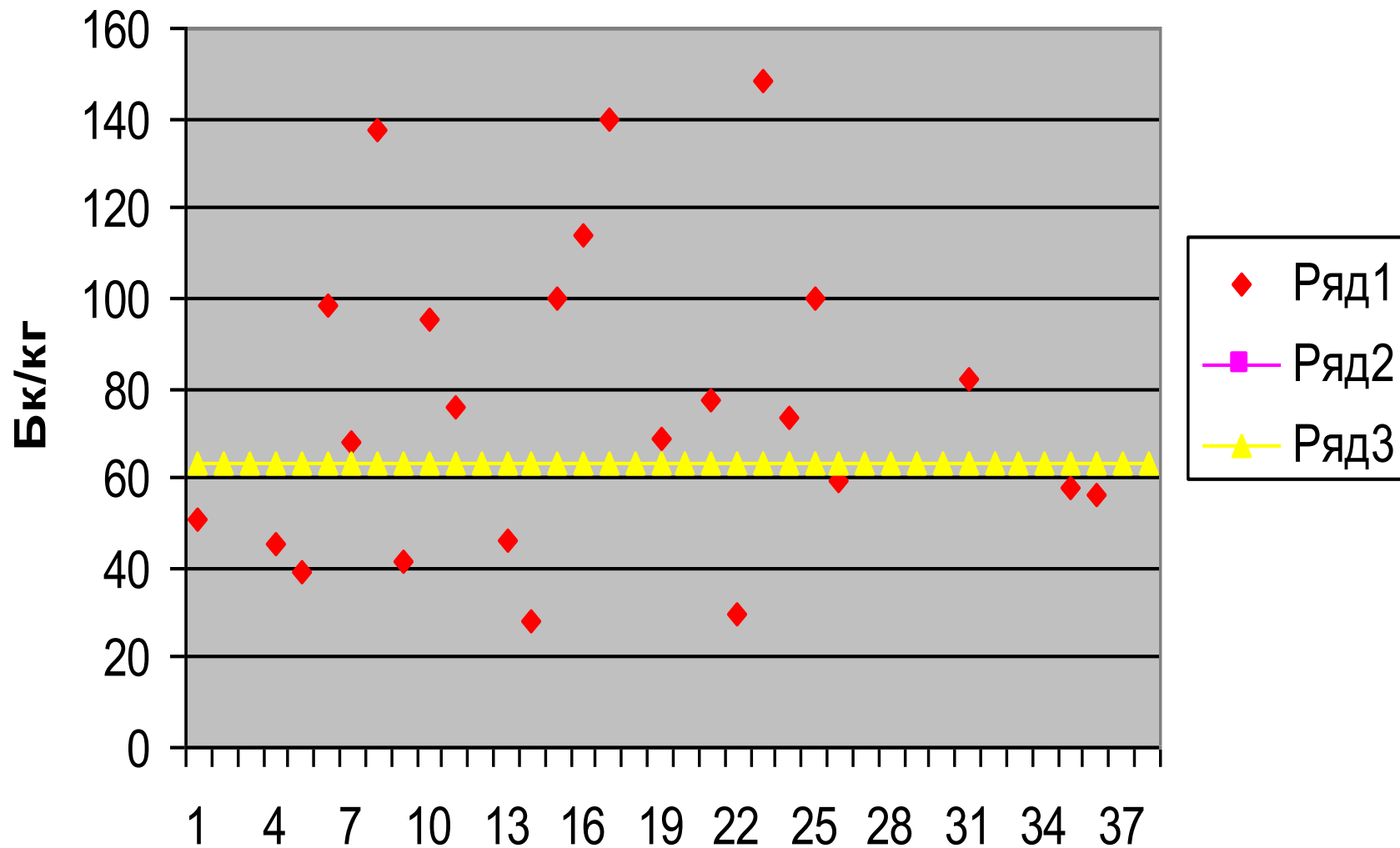
### Почва, цезий 137



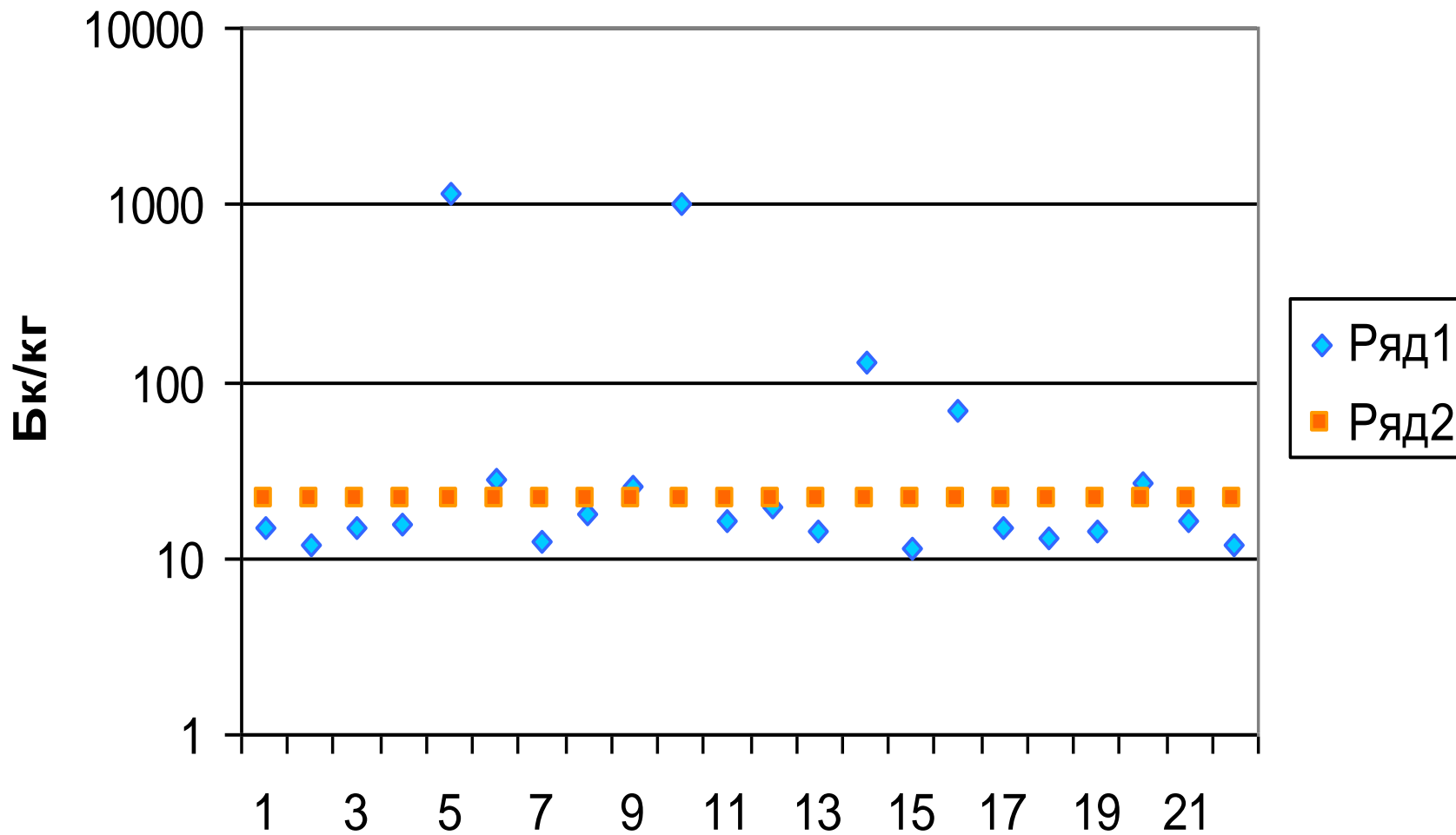
# Почва, плутоний 239,240



# Почва, стронций-90



# Тритий



# Щебень

