



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,

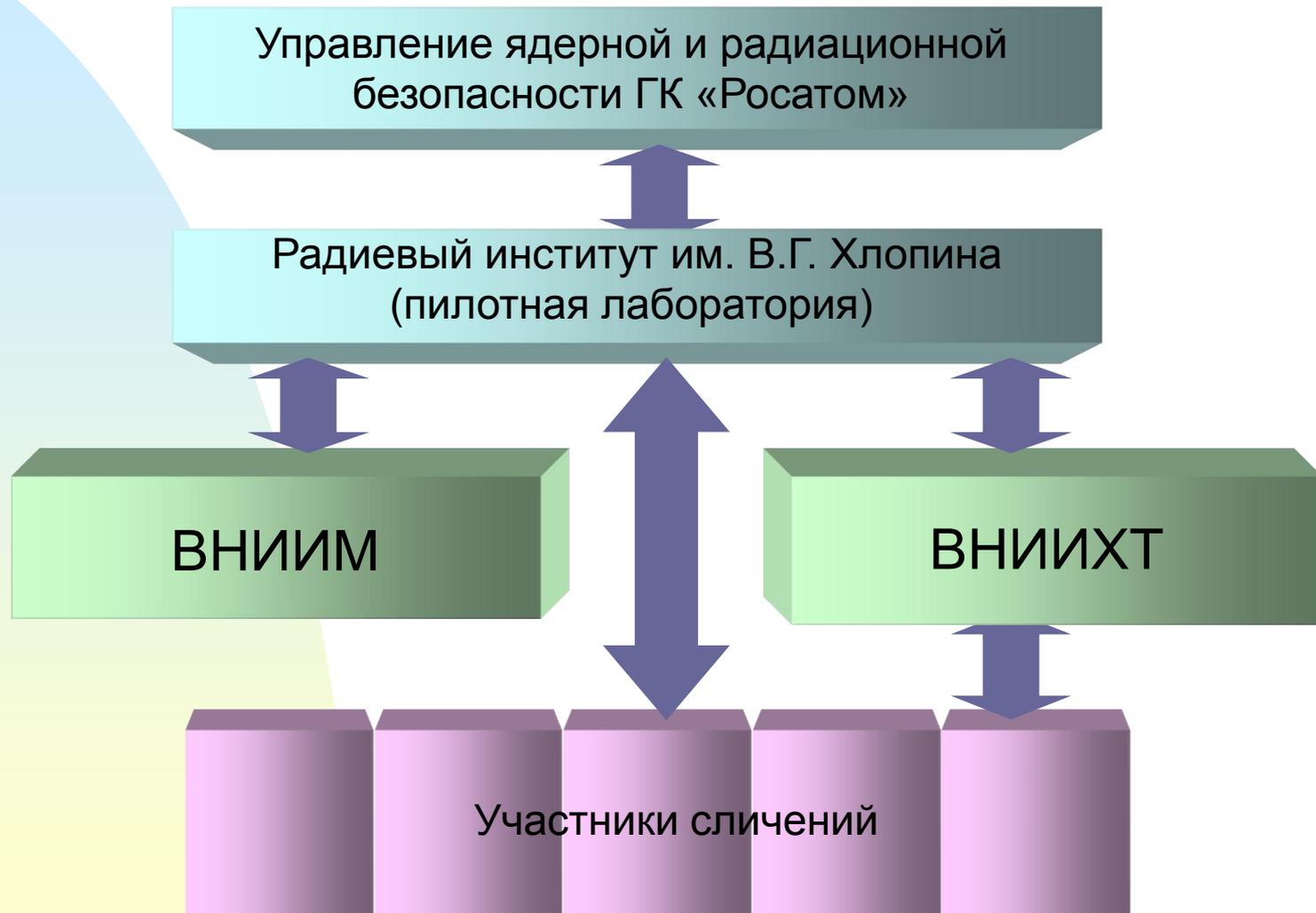
ФГУП «НПО «Радиевый институт им.В.Г. Хлопина»



Цель сличений

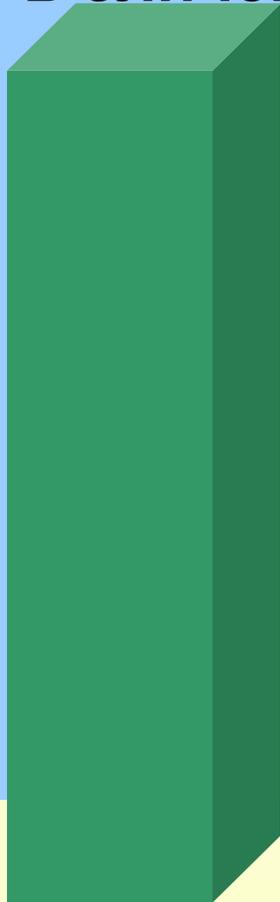
- оценка состояния измерений в отрасли
- проверка квалификации персонала лабораторий при выполнении измерений активности техногенных радионуклидов в образцах, имитирующих объекты окружающей среды

Организационная структура сличений



Статистика участников сличений

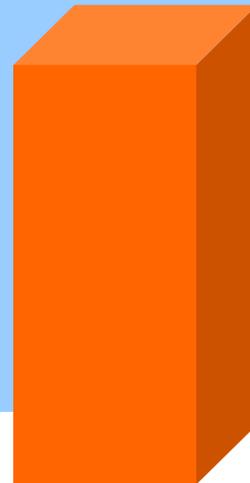
**приглашены к участию
в сличениях 70 лабораторий**



**зарегистрировались
в качестве участников
47 лабораторий**



**представили
результаты
36 лабораторий**

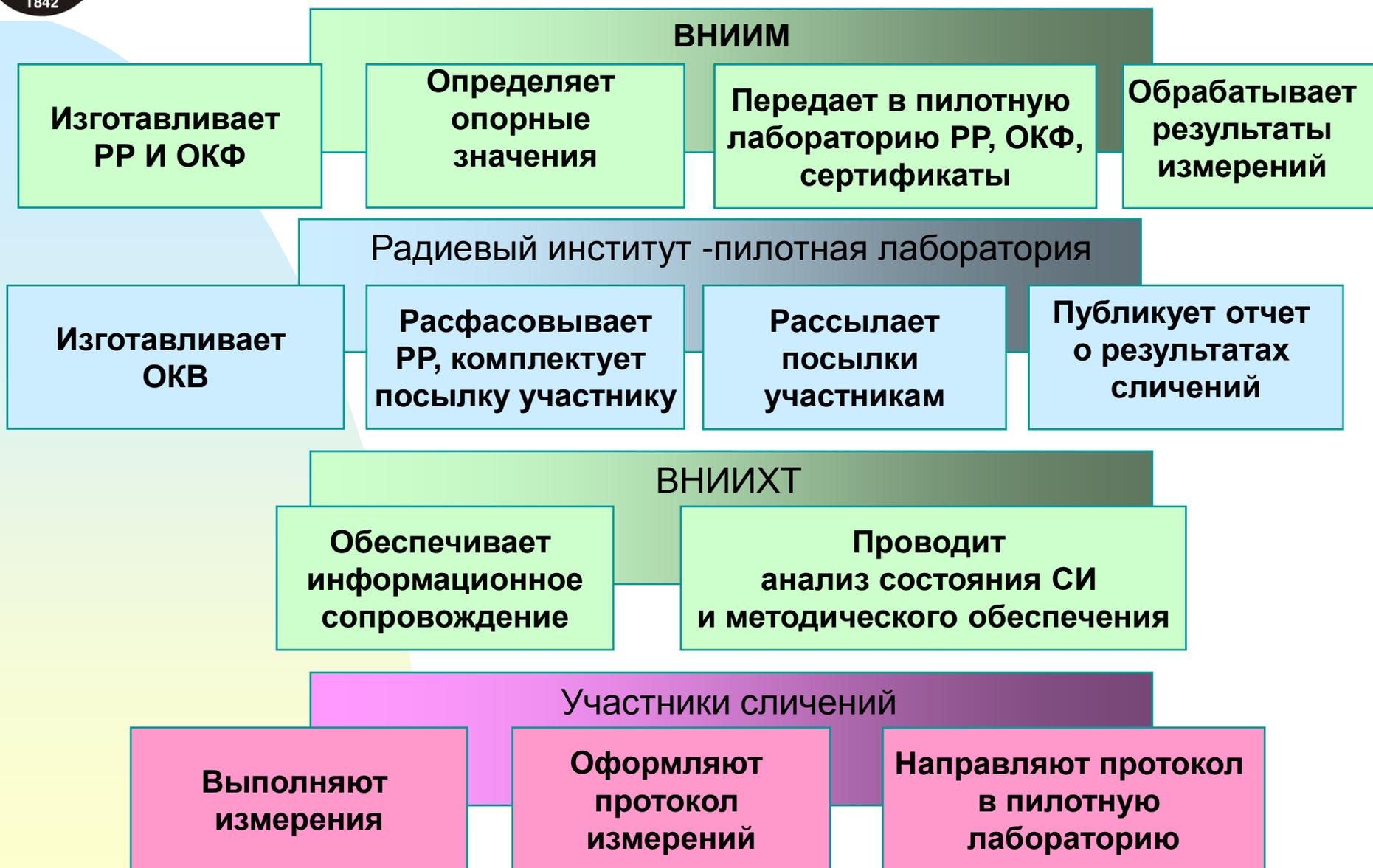




Направления метрологического обеспечения сличений

- 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}Cs
в ампуле (5,011191 г), $A_m=81900$ Бк/г

Разбавление № 1, $k=16,1709$

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

Аликвота раствора $m=4,97777$ г

Разбавление № 2, $k=28,64$

Раствор №2 ^{137}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}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}Cs	81,9	5,0119	1,0
2/1232	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	97,1	4,9659	1,5
3/1233	^{239}Pu	132,5	5,1377	1,5

Разбавленные растворы

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



Эталонные растворы

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

Комплект для рассылки участникам сличений

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

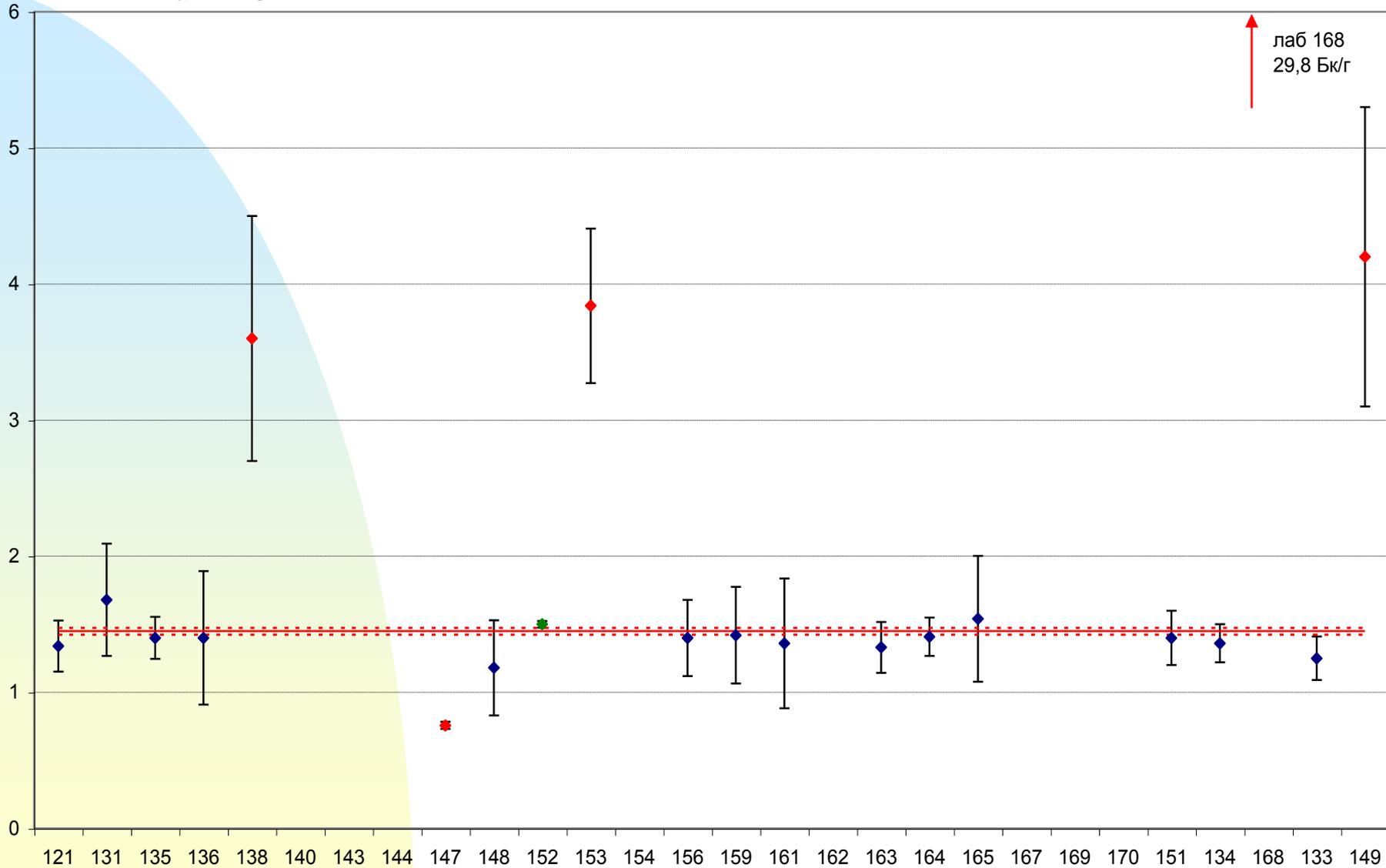
ISO 13528 Статистические методы при межлабораторных экспериментах, проводимых с целью проверки качества испытаний;
МИ 50.2.050-05 ГСИ. Средства поверки одинакового уровня точности. Проверка качества поверочных и калибровочных работ посредством межлабораторных измерений;
МИ 2236-92 ГСИ. Средства поверки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

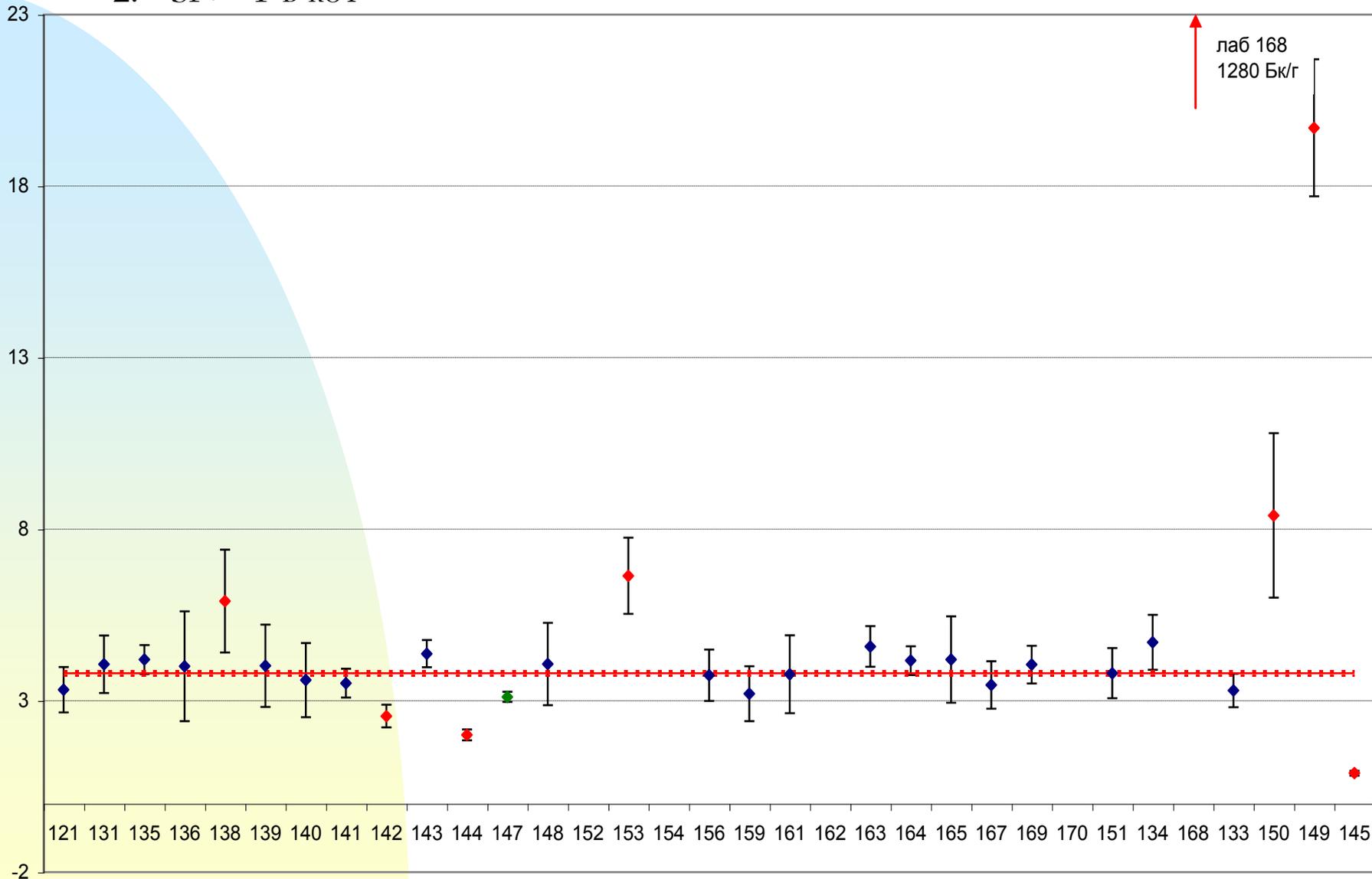
Исходные данные

1. ^{239}Pu в КО1



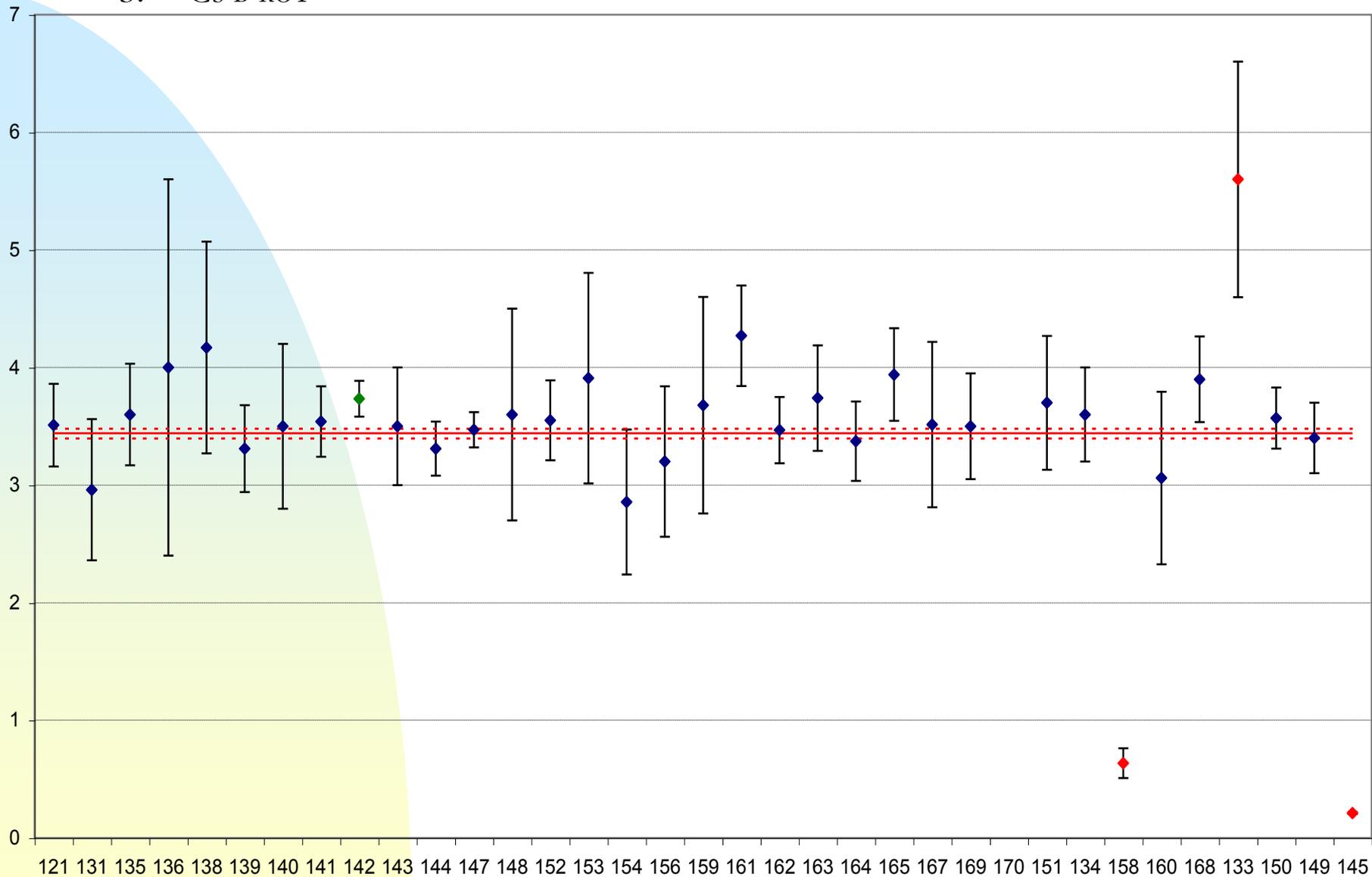
Исходные данные

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



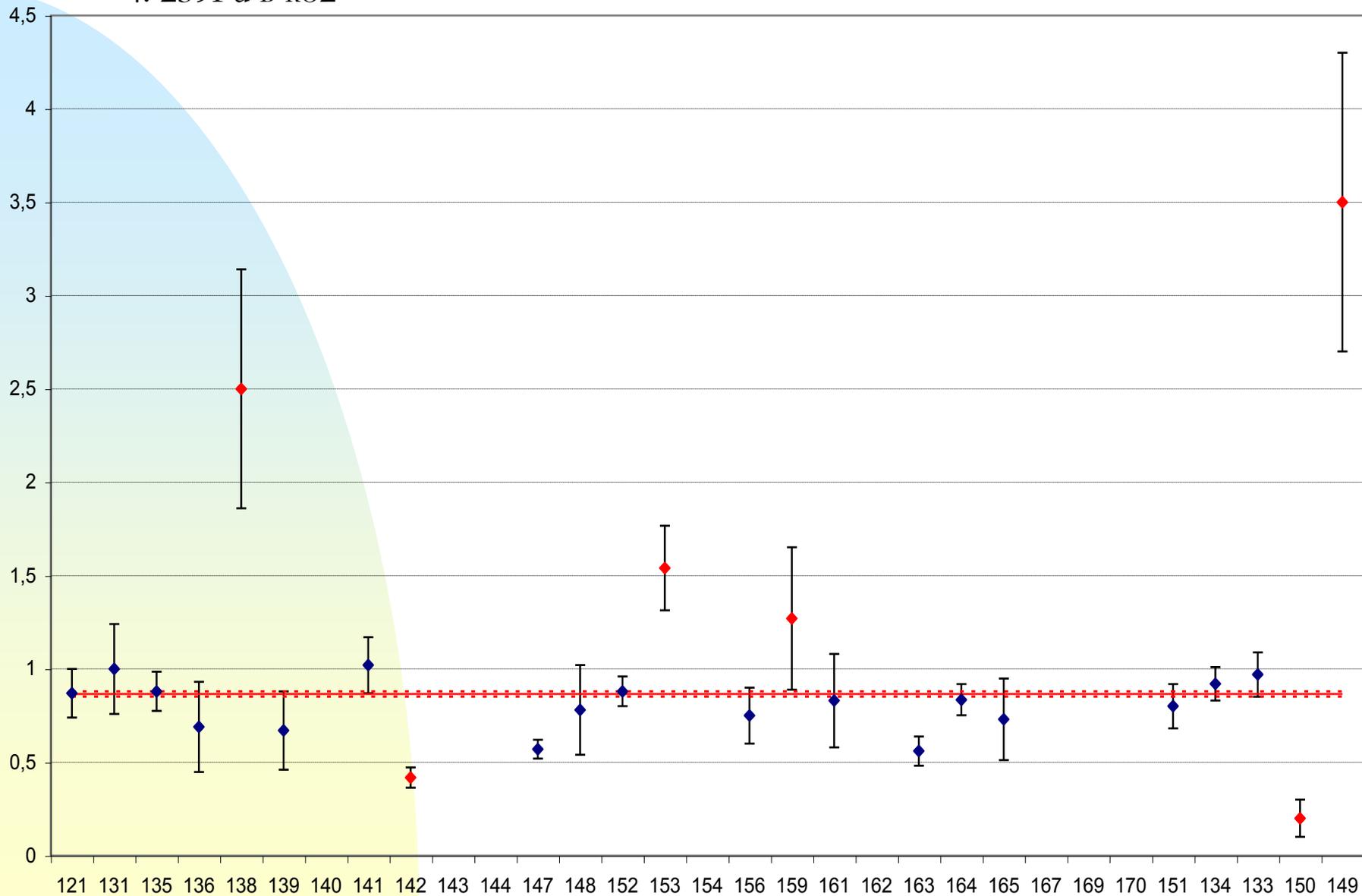
Исходные данные

3. ^{137}Cs в КО1



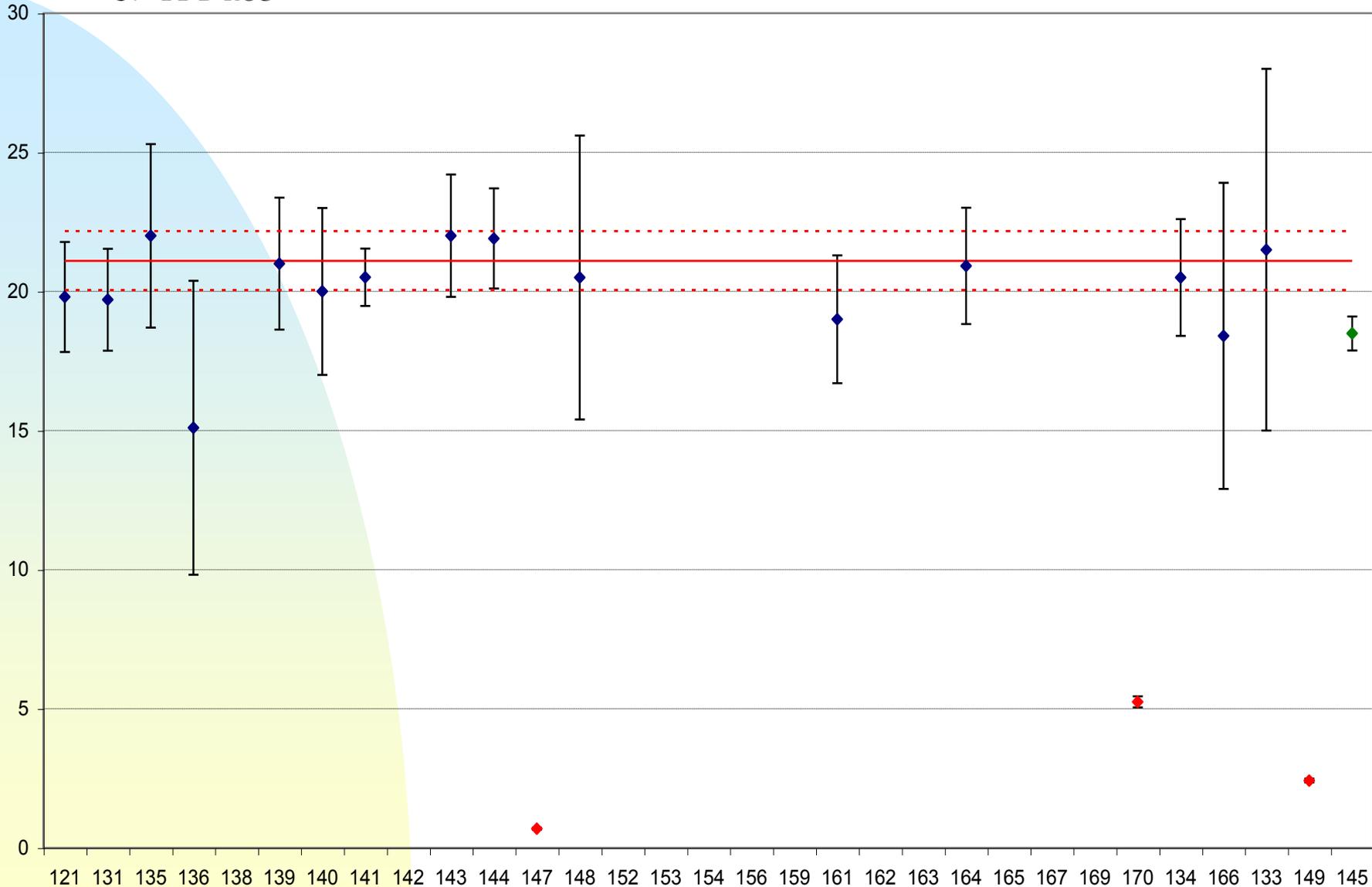
Исходные данные

4. ^{239}Pu в CO_2



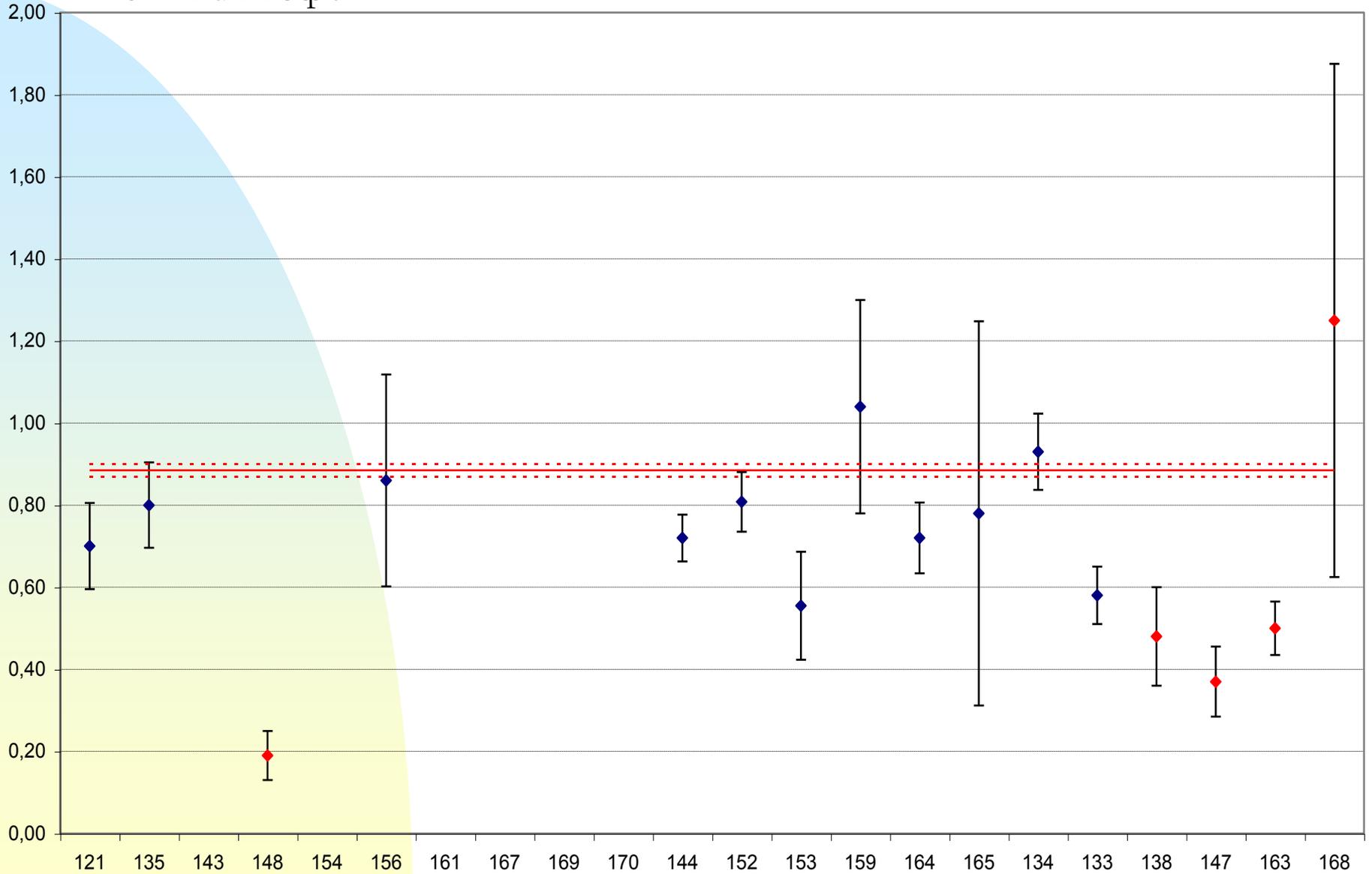
Исходные данные

5. ^3H в КОЗ



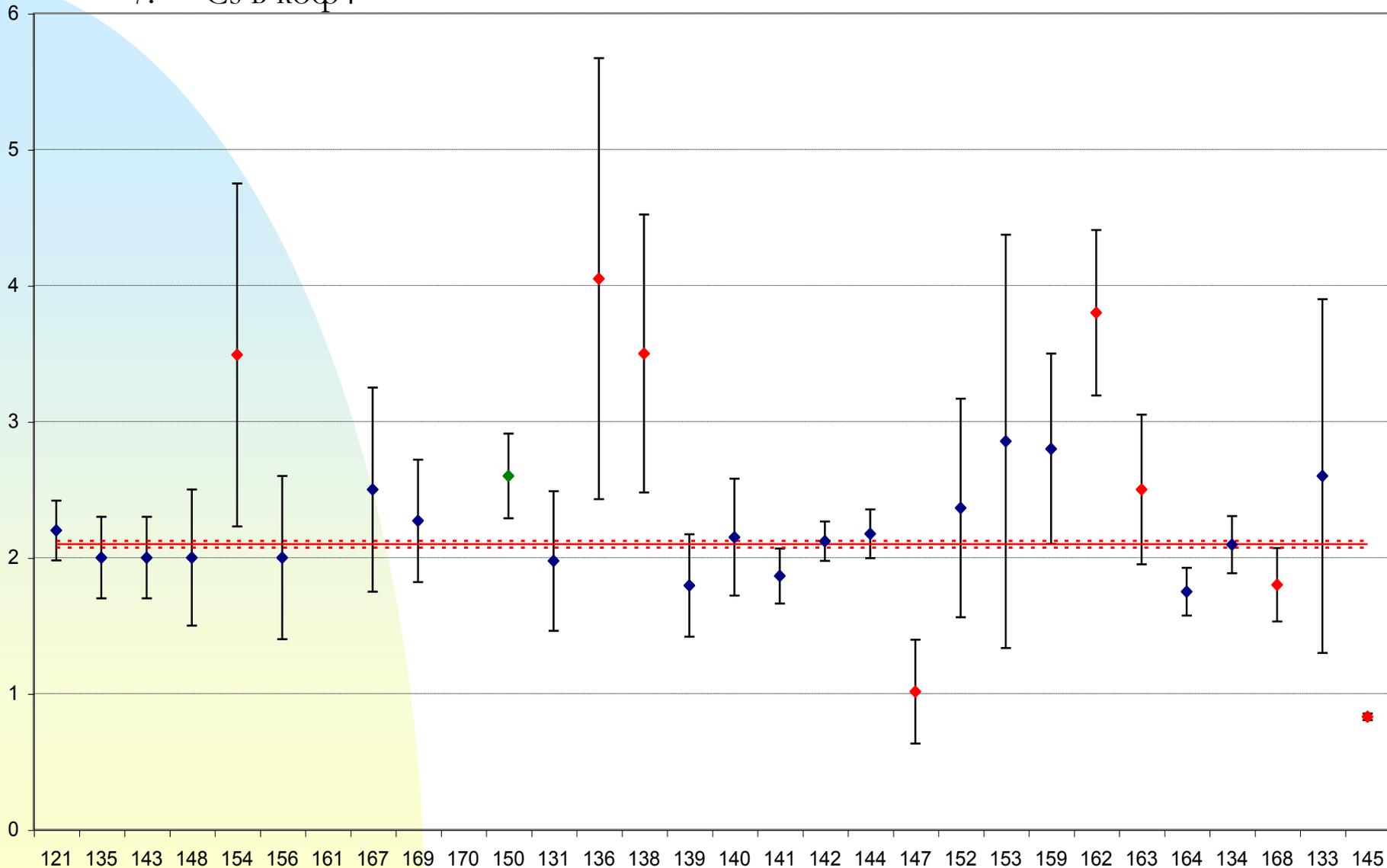
Исходные данные

6. ^{239}Pu в коф4



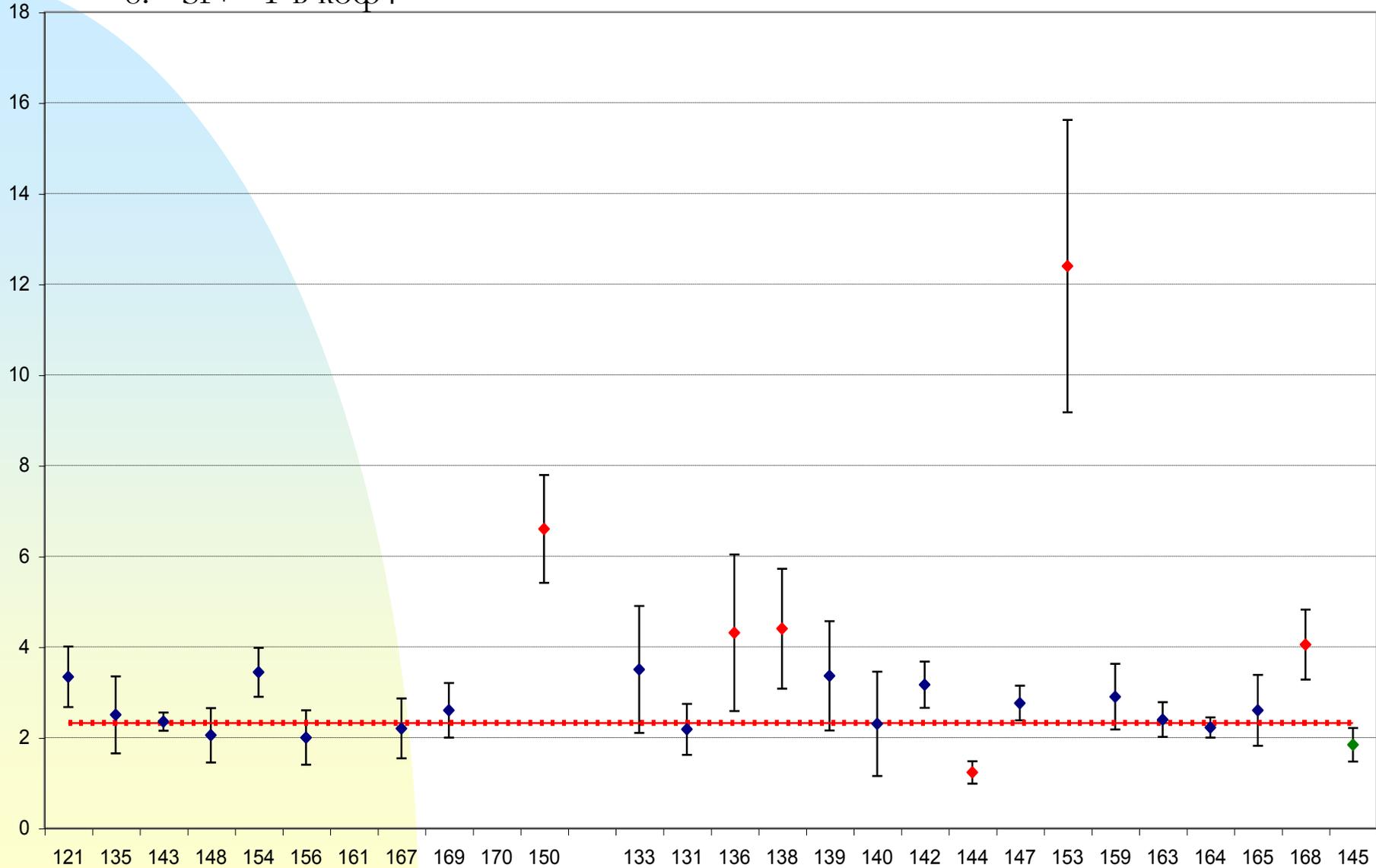
Исходные данные

7. ^{137}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 :

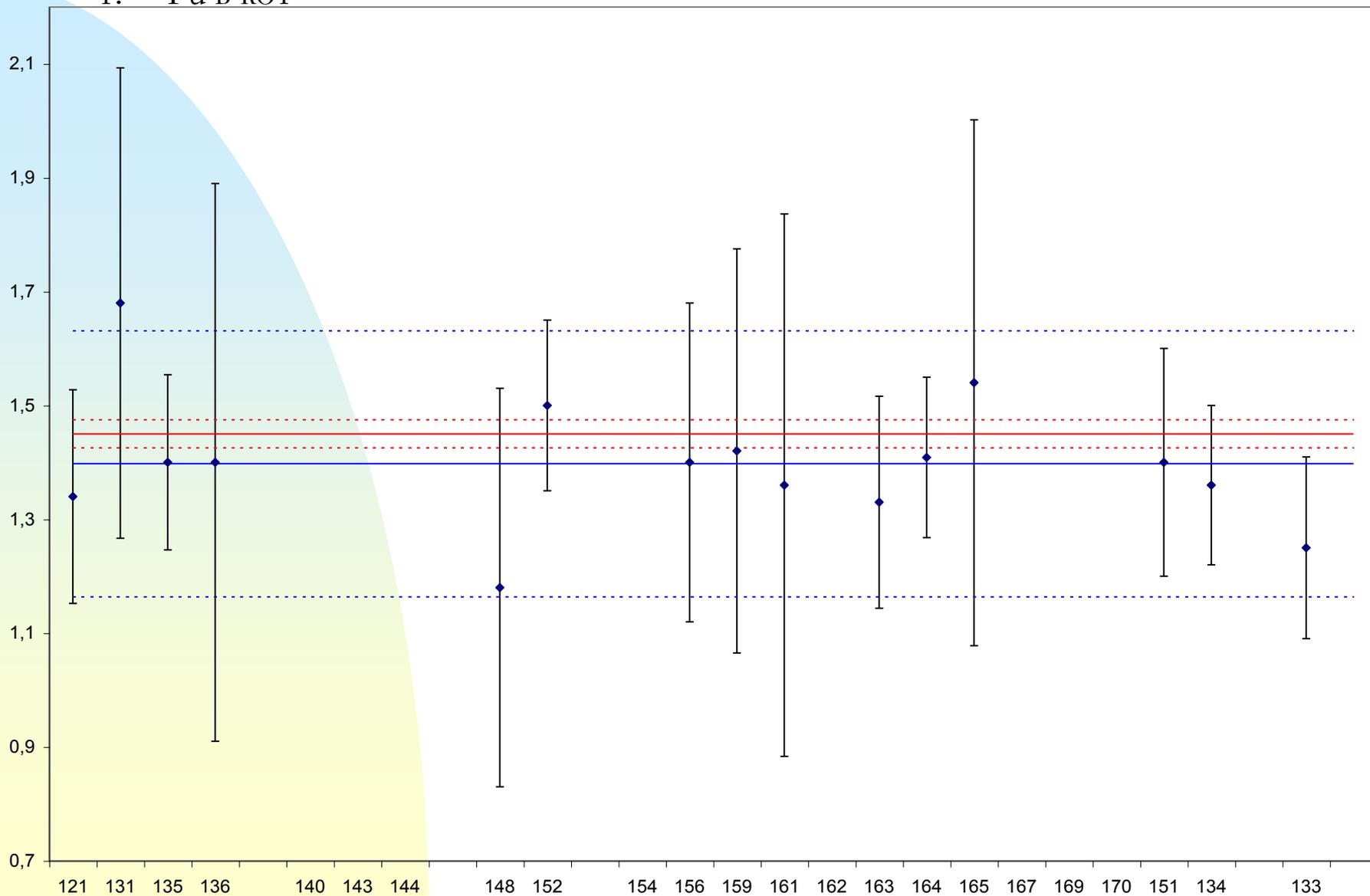
$$z_i = \frac{x_i - x_{ref}}{2\sigma}$$

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.

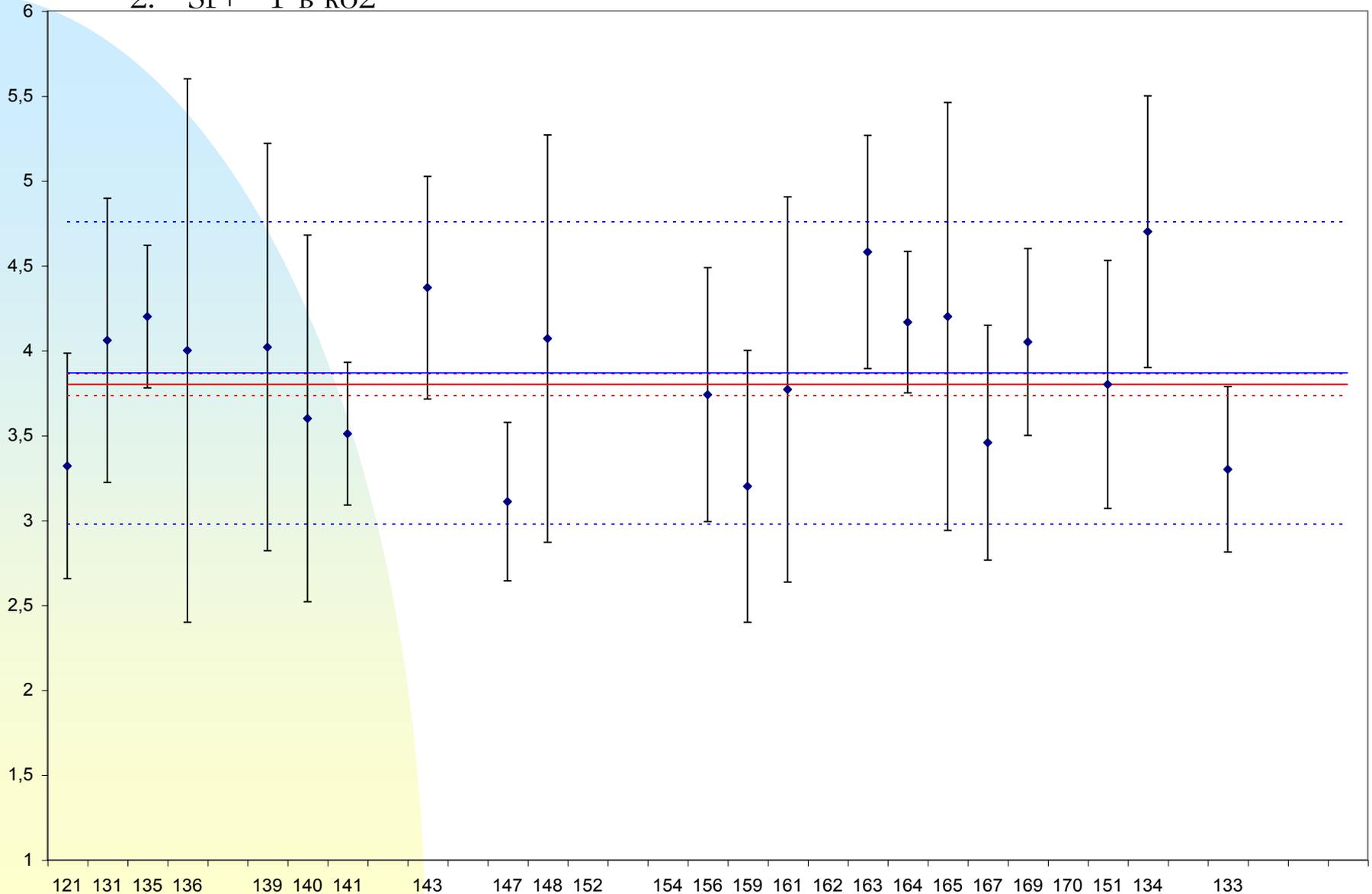
Окончательные результаты

1. ^{239}Pu в КО1



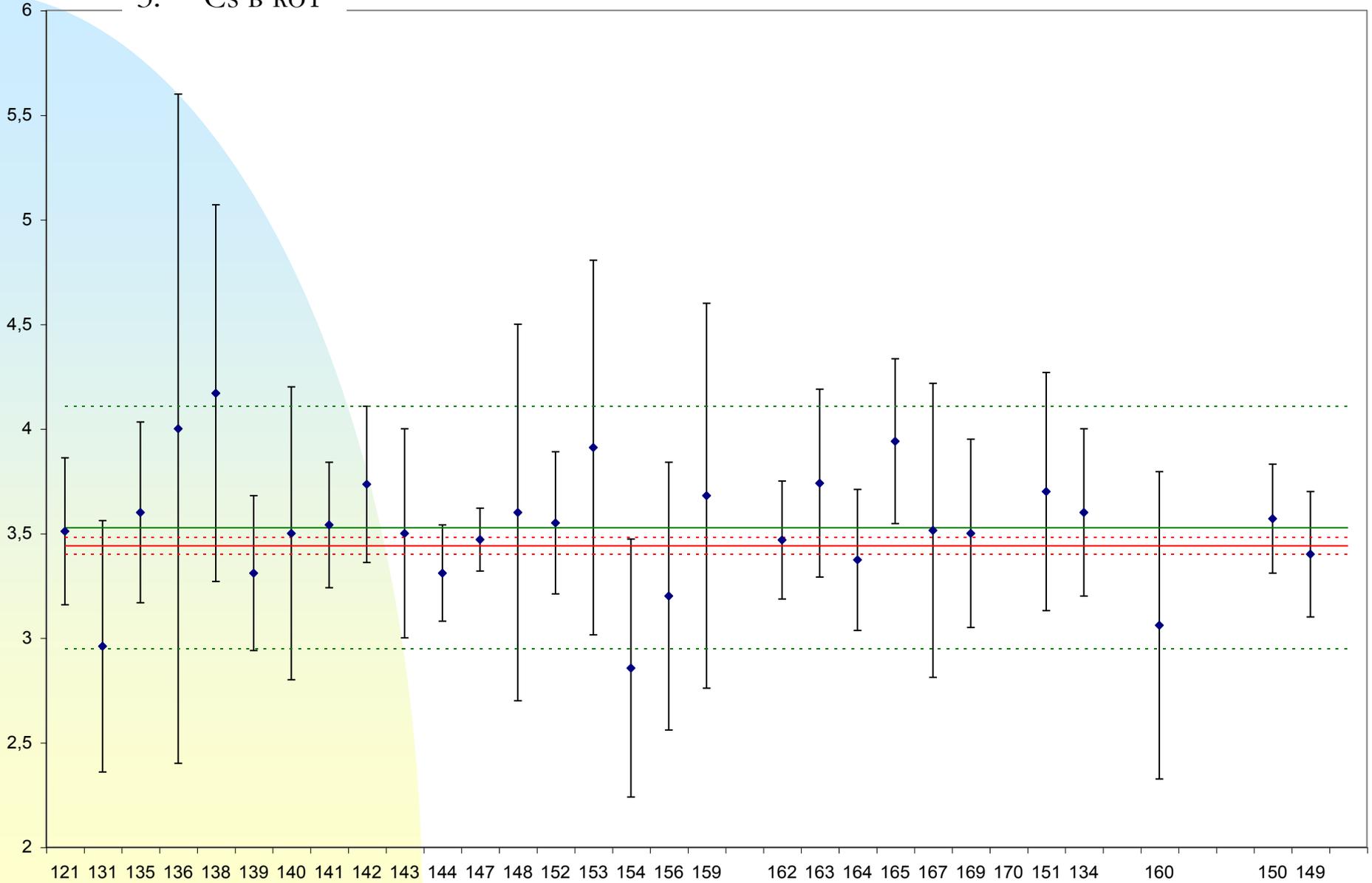
Окончательные результаты

2. $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ в КО2



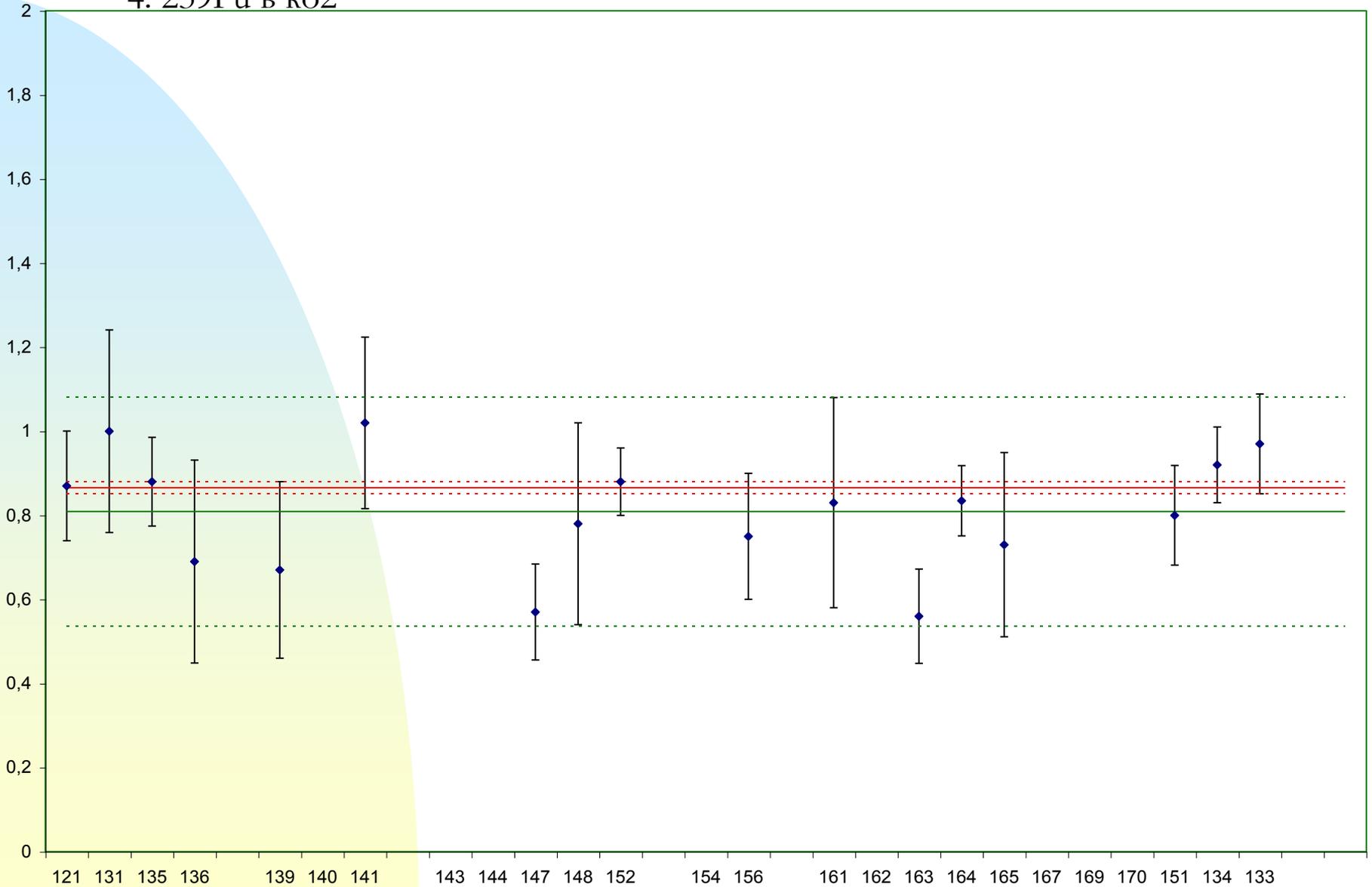
Окончательные результаты

3. ^{137}Cs в КО1



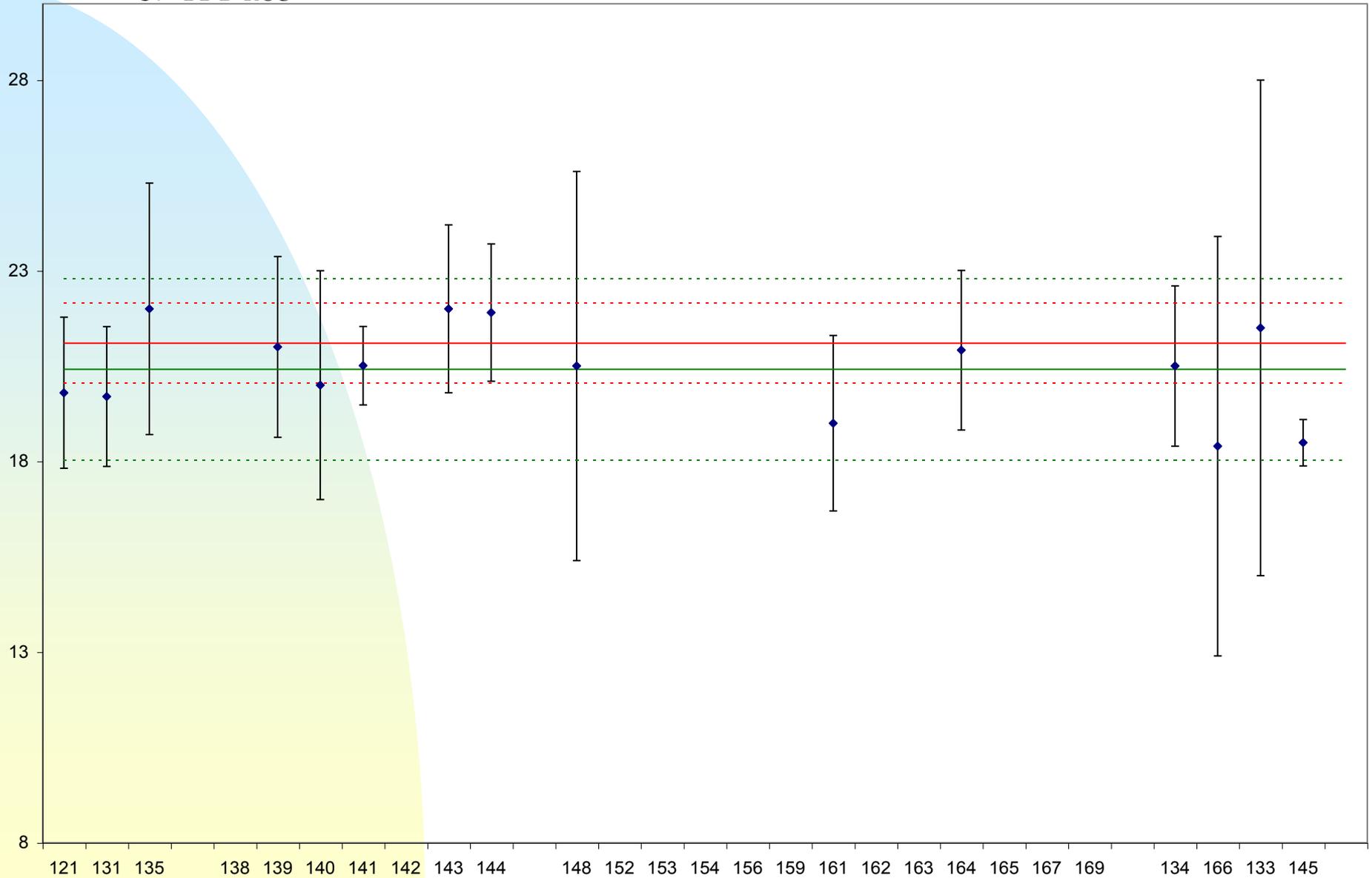
Окончательные результаты

4. ^{239}Pu в CO_2



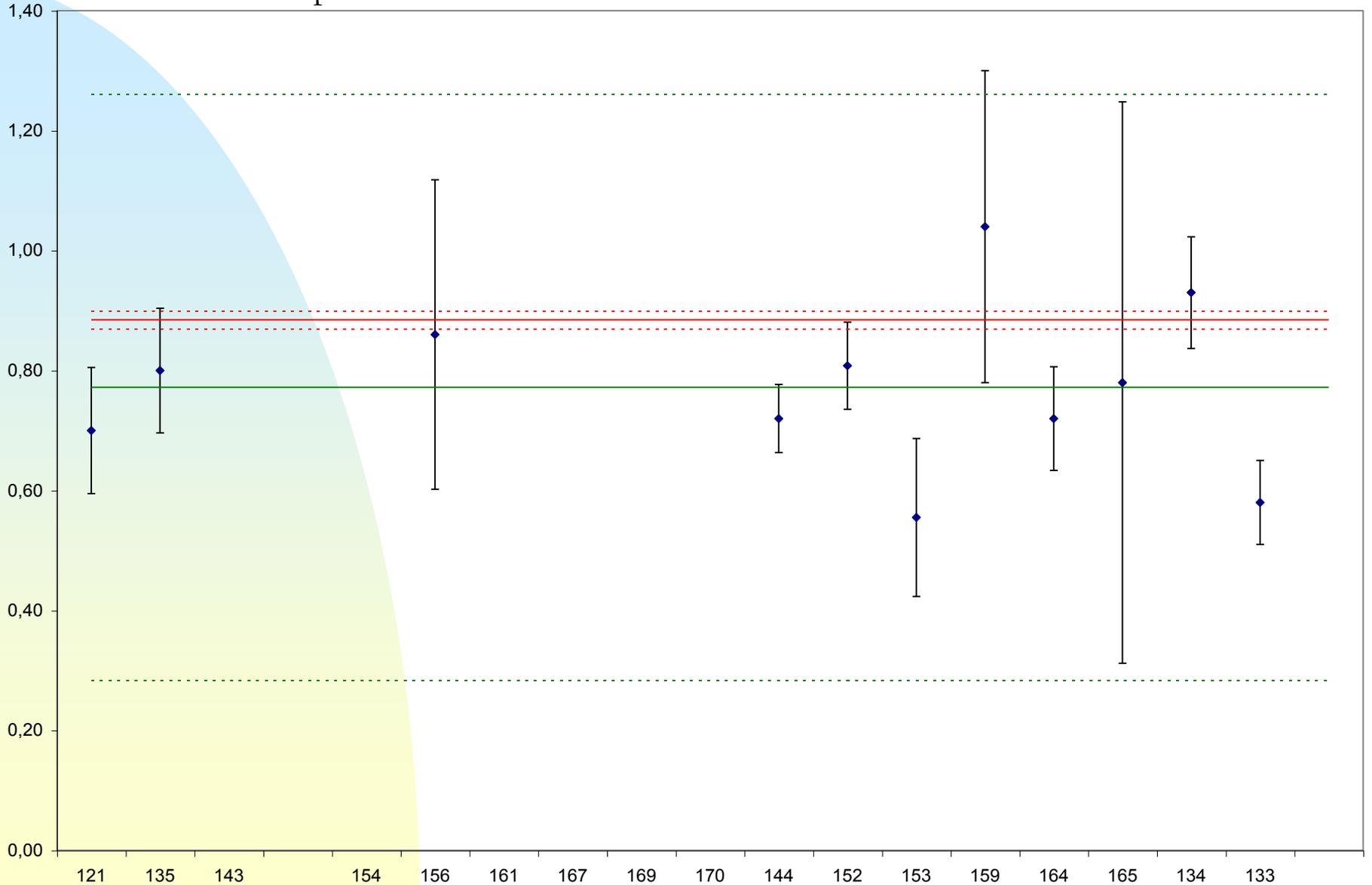
Окончательные результаты

5. ^3H в КОЗ



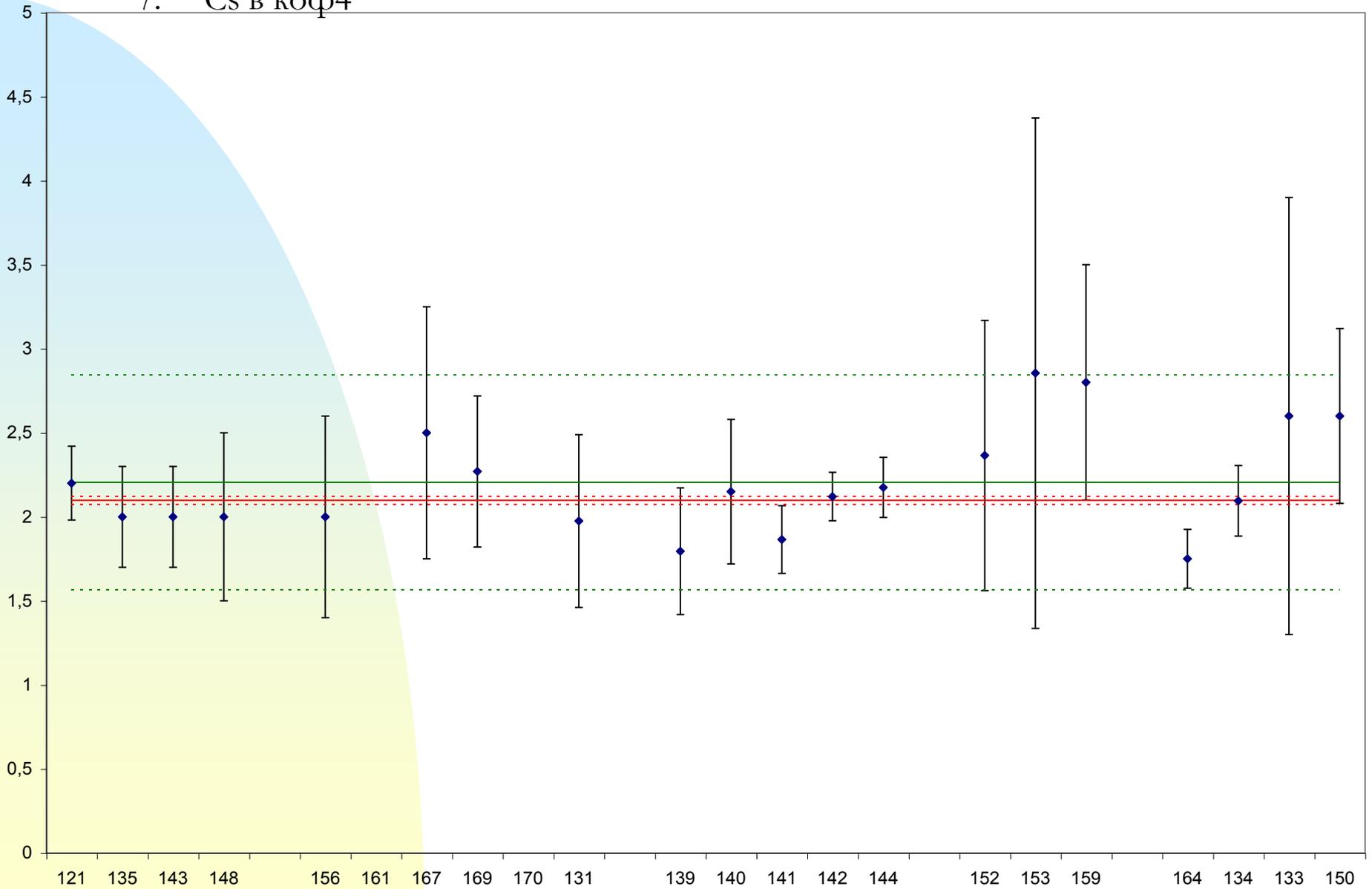
Окончательные результаты

б. ^{239}Pu в коф4



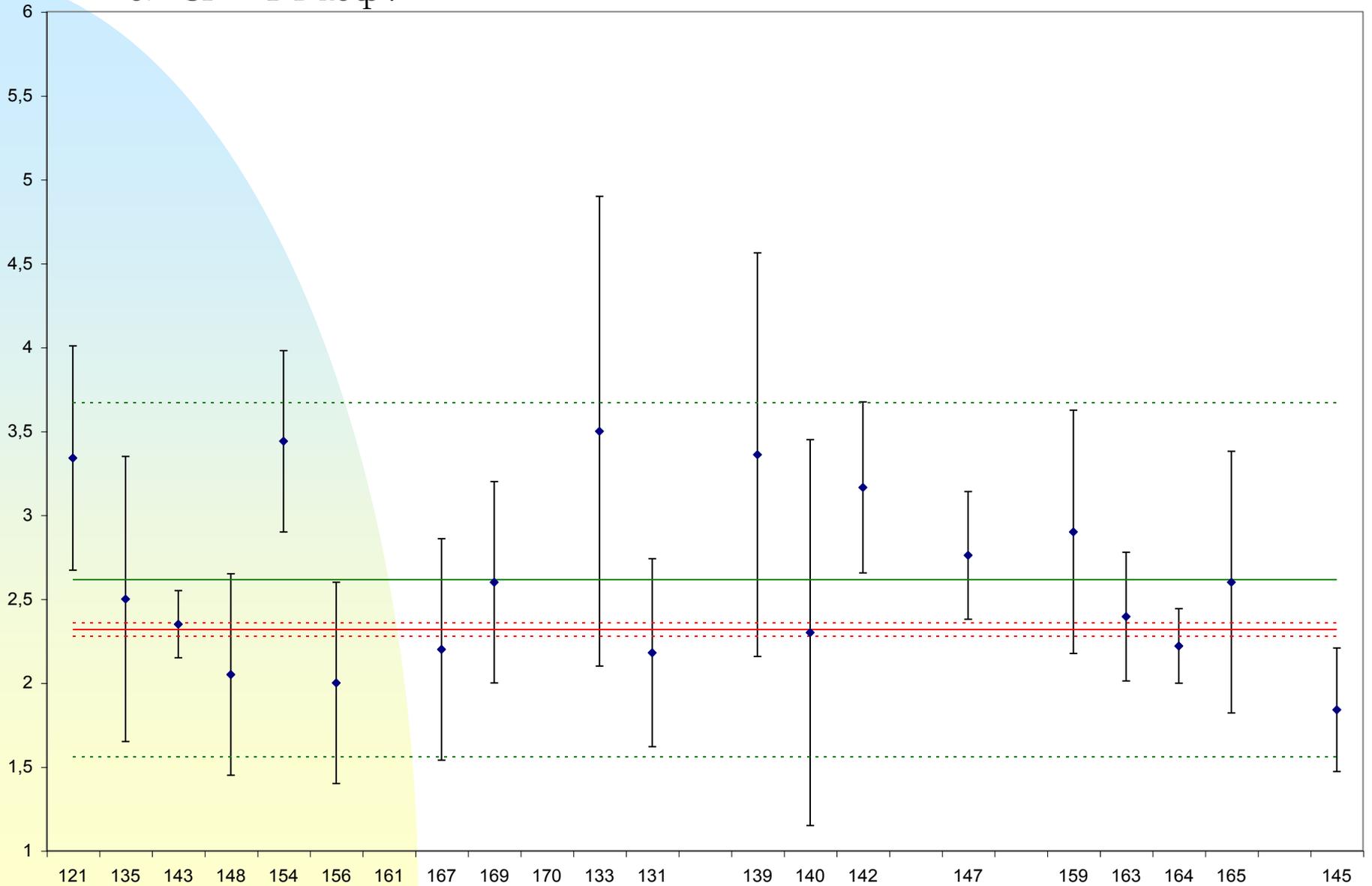
Окончательные результаты

7. ^{137}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

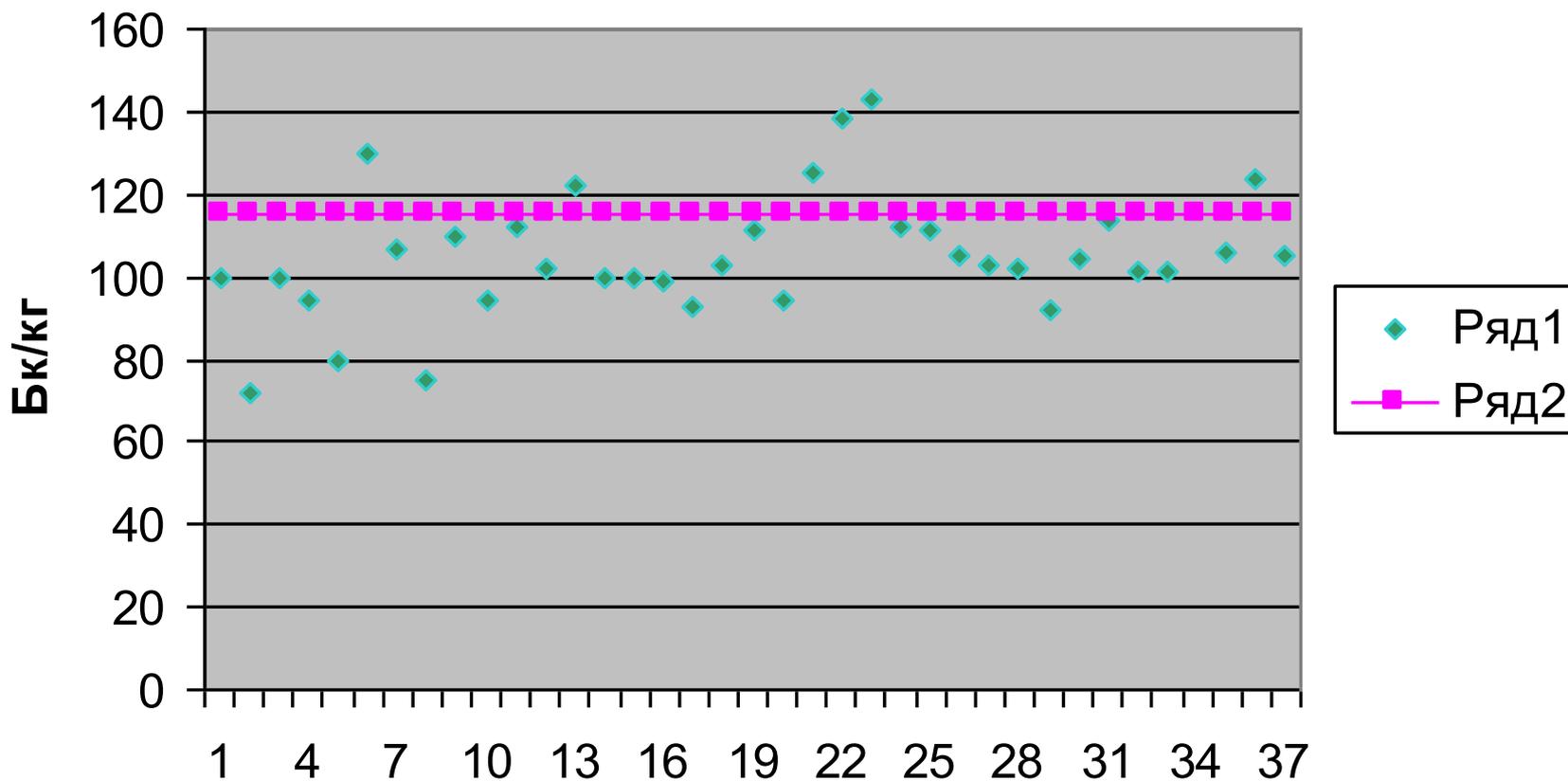
1. Большинство лабораторий (75%), принявших участие в сличениях, представило результаты измерений, близкие к опорному значению.
2. Уровень точности, заявленный лабораториями, существенным образом отличается друг от друга, хотя обоснованных оснований для этого на первый взгляд нет. Разброс значений оцененной 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

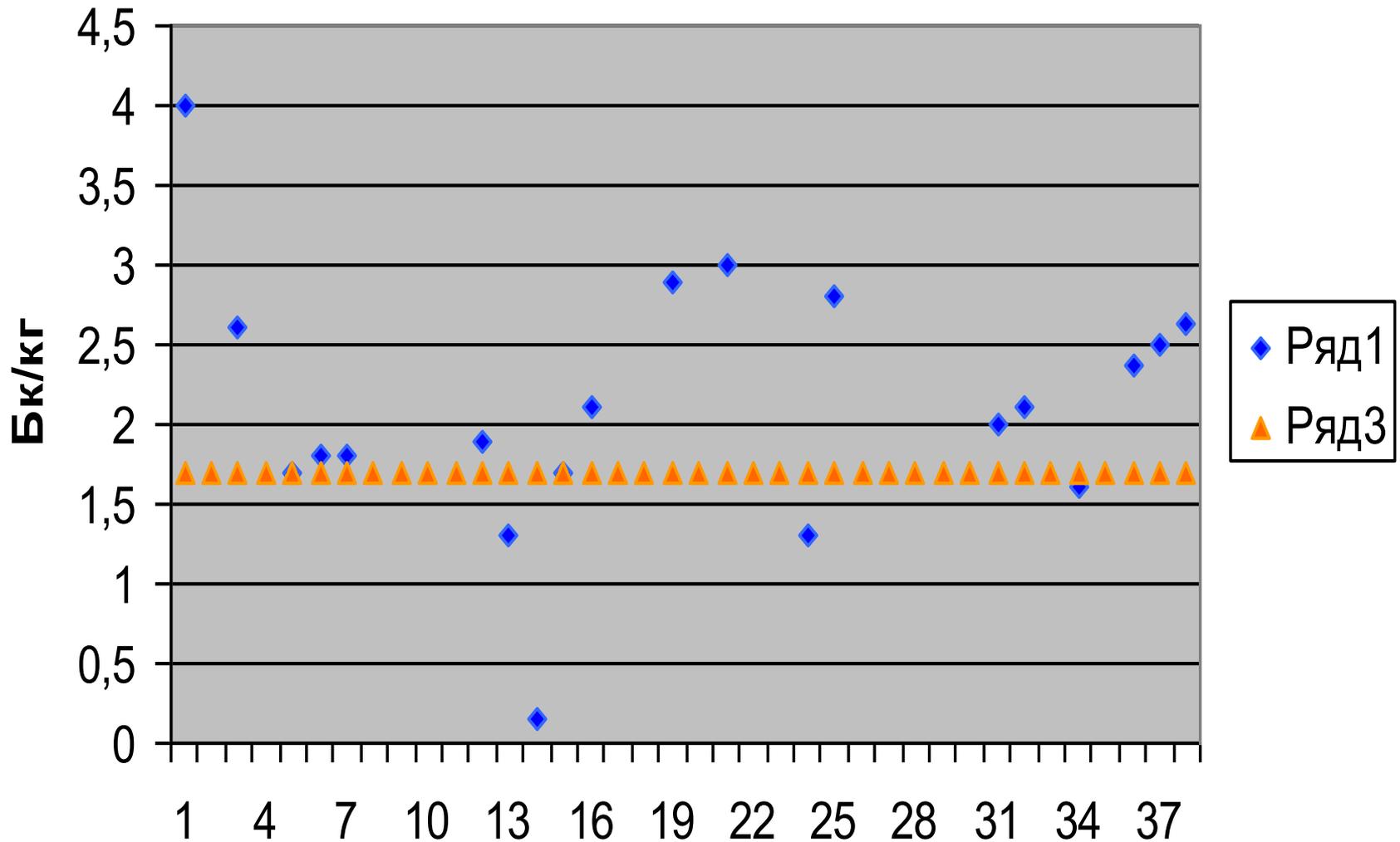
Вид образца	Наименование радионуклида	Воспроизводимость, %
Вода (смесь радионуклидов)	^{239}Pu	16
	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	23
	^{137}Cs	17
Вода	^3H	11
	^{239}Pu	32
Фильтр	^{239}Pu	11
	^{137}Cs	30
	$^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$	30

2020

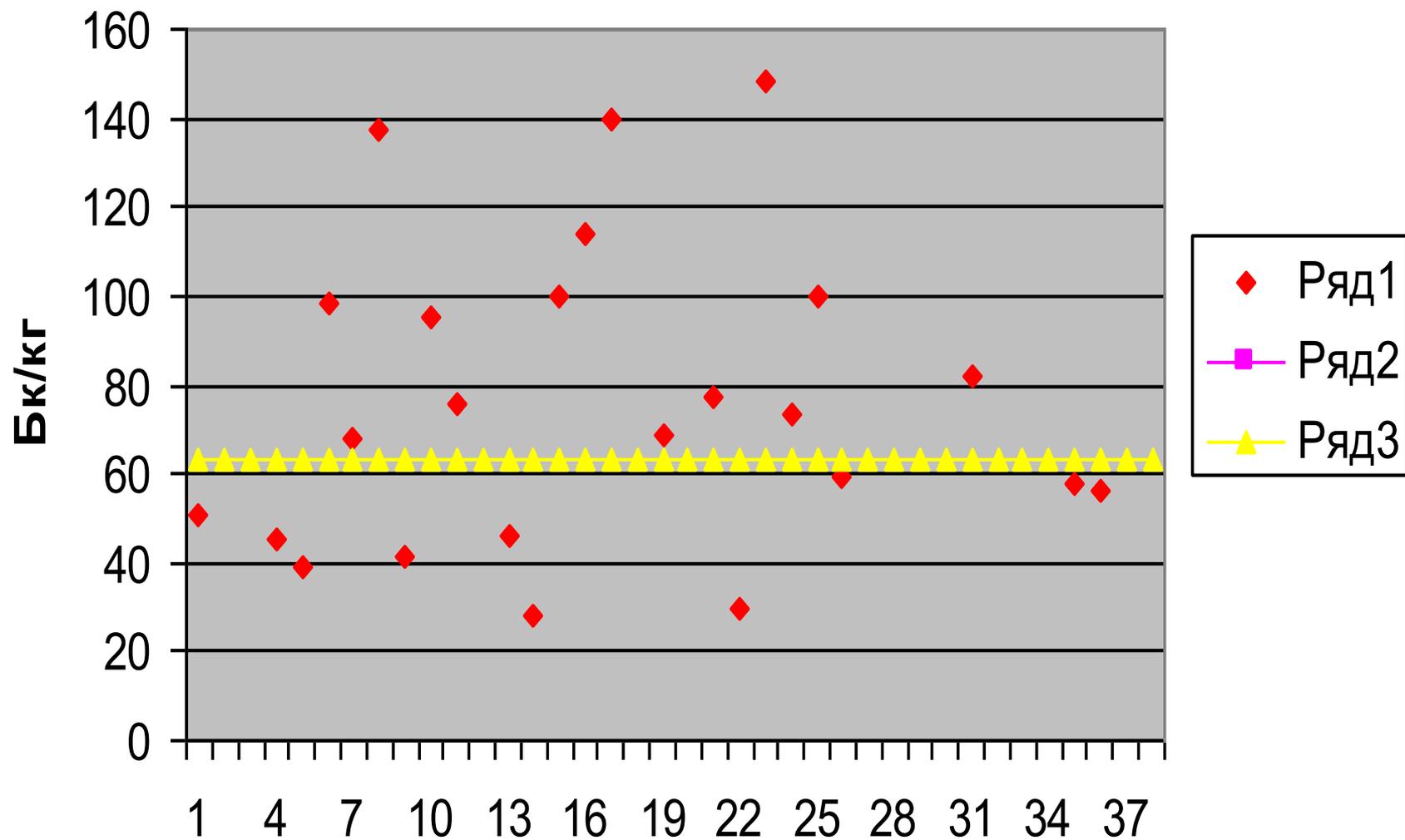
Почва, цезий 137



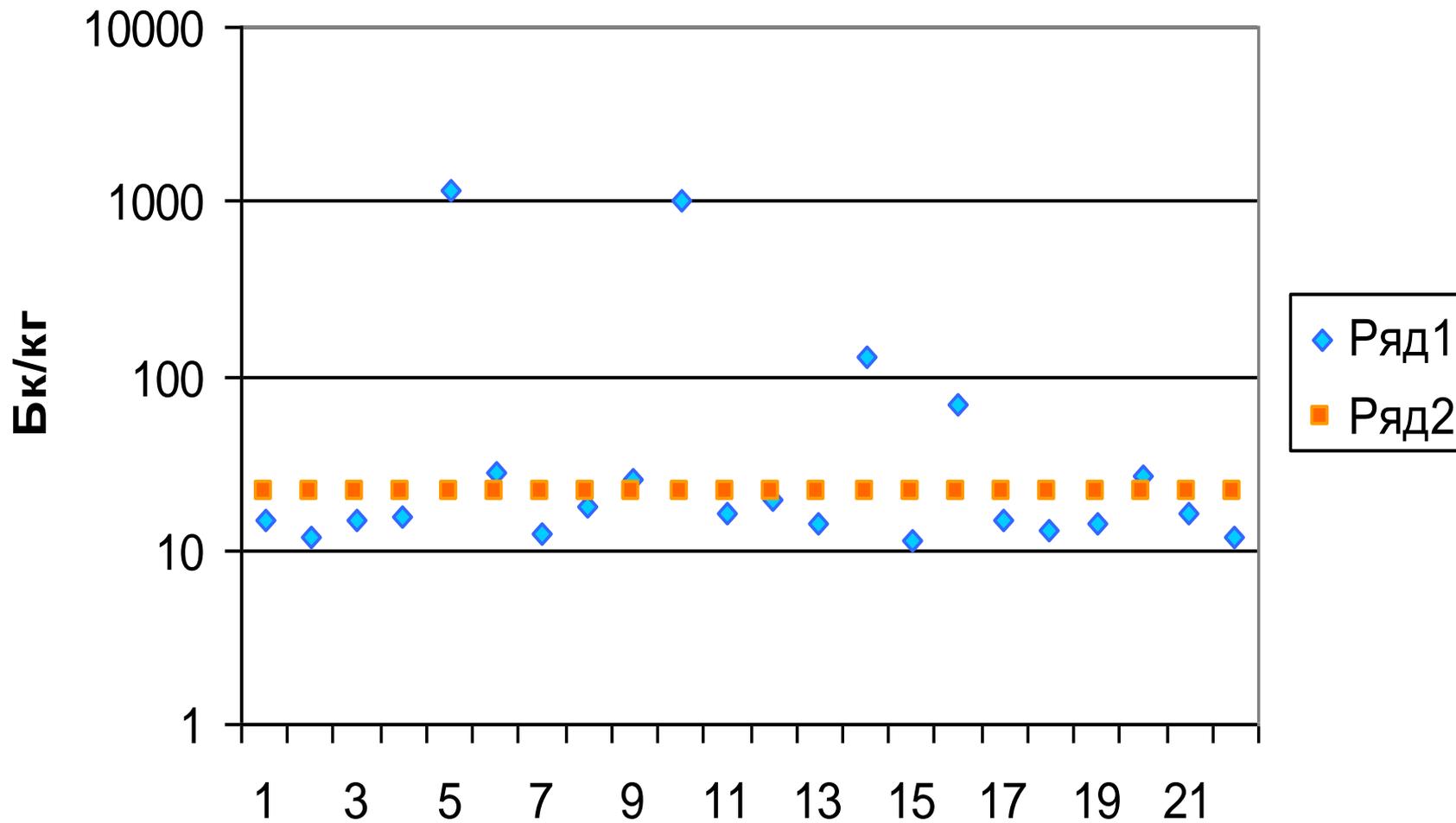
Почва, плутоний 239,240



Почва, стронций-90



Тритий



Щебень

