

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ ИСПЫТАНИЯ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

INTER-LABORATORY TESTS OF MEASUREMENT QUALITY

А.И. СОБОЛЕВ, *д.т.н.*,
И.А. КАШИРИН, *к.х.н.*,
В.А. ТИХОМИРОВ, *к.т.н.*,
А.И. ЕРМАКОВ,
Н.М. КУЗНЕЦОВА
(ГУП МосНПО «Радон»)

A.I. SOBOLEV, *Doctor of Technical Science*,
I.A. KASHIRIN, *Candidate of Chemical Science*,
V.A. TIKHOMIROV, *Candidate of Technical Science*,
A.I. ERMAKOV,
N.M. KUZNETSOVA
(SUE SIA Moscow Radon)

■ После аварии на Чернобыльской АЭС значительно выросли требования к качеству измерений радиационных параметров окружающей среды. Независимые сравнительные тесты для определения различных радионуклидов штатными методами (радиохимические процедуры, альфа-, бета, и гамма-спектрометрический анализы) позволяют оценить надежность методов радиохимической сепарации и точность калибровки аппаратуры, используемой в лабораториях радиационного контроля.

■ After the Chernobyl accident, requirements to the quality of measurement of environmental radiation parameters grew considerably. Independent comparative tests for measurement of various radionuclides (radiochemical processes, alpha, beta and gamma spectrometry) can be used to assess the reliability of radiochemical separation methods and the precision of calibration of instruments employed in radiation monitoring laboratories.

ПРОФЕССИОНАЛЬНЫЕ ТЕСТЫ МАГАТЭ

Служба контроля качества измерений (AQCS) МАГАТЭ регулярно организует программы внешней проверки качества измерений. Испытания проводят по трем основным направлениям. Осуществляется анализ сертифицированных образцов проб различных объектов окружающей среды (почвы, донных отложений, растительности, биоты, воды), рассылаемых AQCS, с заданным содержанием радионуклидов. Межлабораторные интеркалибровки предполагают, что неизвестный заранее полный радионуклидный состав проб природных объектов определяется с помощью стандартных спектрометрических и радиохимических методов. Наиболее объективную оценку качества измерений дают тесты проверки квалификации (Proficiency Tests – PT), при выполнении которых специалисты измеряют активность радионуклидов, заранее внесенных в твердую матрицу или стандартный раствор.

При оценке результатов используют критерии соответствия: правильность характеризует отклонение полученных величин от заданных, точность – разброс полученных значений, от 5 до 30% в зависимости от вида анализа и уровня активности радионуклидов.

Специалисты ГУП МосНПО «Радон» участвуют в программах внешней проверки качества измерений с 1998 года. На предприятии действует ряд лабораторий по измерению радиационных параметров, объединенных в Центр радиационного контроля. Сотрудники радиационно-аналитического экспертного центра (РАЭЦ), базирующегося в Москве, и центральной лаборатории научно-производственного комплекса в Сергиевом Посаде дополняют традиционные методы исследования применением эффективной современной технологии жидкосцинтилляционной спектрометрии (ЖСС), что позволяет повысить точность определения радионуклидов, ускорить получение результатов, оптимизировать, а в ряде случаев и исключить процедуры радиохимической выделений.

К настоящему времени прошло уже семь тестов проверки квалификации МАГАТЭ. Первые два – PT-1

IAEA PROFESSIONAL TESTS

The IAEA's Analytical Quality Control Services (AQCS) run regular external checks of the quality of measurement. There are three main ways in which such tests are performed. The AQCS sends out certified samples of environmental objects (such as soil, bottom sediments, vegetation, biota, water) with known radionuclide content, which are then analysed. Inter-laboratory calibrations imply that environmental samples with previously unknown radionuclide composition are analysed using standard radiochemical methods and spectrometry. The most objective assessment of measurement quality, however, is provided by proficiency tests (PT), when activity is measured with radionuclides pre-incorporated into a solid matrix or a standard solution.

For the evaluation of results, compliance criteria are used: correctness characterises the deviation of measured values from given values, whereas accuracy describes the scattering of measured values, from 5 to 30%, depending on the type of analysis and the activity level of the radionuclide.

Radon Moscow has been taking part in external checks of the quality of measurements since 1998. Based on the Radon site are a number of laboratories that perform measurements of radiation parameters. These laboratories are collectively known as the Centre of Radiation Monitoring. In addition to the traditional research methods, specialists from the Radiation Analytics Centre in Moscow and the Central Laboratory of the Production Complex in Sergiev Posad also employ the state-of-the-art liquid scintillation spectrometry method. This method increases accuracy of radionuclide measurement, produces results quicker, optimizes the radiochemical separation processes, and in some cases makes them unnecessary altogether.

So far, seven IAEA intercomparison qualification tests have been performed. The first two of them – RT-1 “⁹⁰Sr measurement in mineral matrices” (1999) and RT-2 “Measurement of ²³⁹Pu, ²⁴¹Pu and ²⁴¹Am content in mineral matrices” (2000) – were designed to critically assess the

«Определение ^{90}Sr в минеральных матрицах» (1999 год) и РТ-2 «Расчет содержания ^{239}Pu , ^{241}Pu и ^{241}Am в минеральных матрицах» (2000 год) – решали задачу критической оценки методик анализа наиболее распространенных техногенных радионуклидов в минеральных матрицах (почвы, грунты, донные отложения, зола воздушных фильтров).

В качестве матрицы использовали золу от сжигания каменного угля, имеющую повышенное (в 5–100 раз по сравнению с типовым для почв средней полосы) содержание кальция, стронция, бария, железа, магния, хрома, титана, циркония. Содержание ^{238}U и его дочерних продуктов составляло более 400 Бк/кг, ^{232}Th и дочерних продуктов – более 200 Бк/кг. При анализе таких сложных объектов выявляются стадии сепарации, наиболее устойчивые и надежные для определения, как макрокомпонентов, так и сторонних радионуклидов. Для исследований в РТ-1 предлагались образцы массой 50 г, в РТ-2 – массой 10 г. От ГУП МосНПО «Радон» были представлены положительные результаты по всем семи сыпучим образцам с различными уровнями активности ^{90}Sr , а также по стандартному раствору, анализ которого показывает точность калибровки аппаратуры.

ОЦЕНКА ВОЗМОЖНОСТЕЙ В РАМКАХ ALMERA

По результатам этих испытаний ГУП МосНПО «Радон» в 2001 году был принят в состав Международной сети аналитических лабораторий контроля радиоактивности в окружающей среде (ALMERA) под эгидой МАГАТЭ. Эта сеть привлекает лаборатории разных стран мира к мероприятиям по радиационной защите и радиологической оценке состояния территорий, подвергшихся воздействию радиоактивных выбросов. Здесь создаются и вводятся в использование всеми участниками быстрые и надежные типовые радиохимические методики, ведется работа по улучшению сопоставимости результатов в масштабах сети, разрабатываются предложения по организации новых тестов проверки квалификации. Большое внимание уделяется привлечению в качестве источника надежной и взвешенной информации. В рамках ALMERA обучается и стажировается персонал радиохимических лабораторий, даются рекомендации правительственным организациям.

Применение технологии жидкосцинтилляционной спектрометрии позволяет повысить точность определения радионуклидов, ускорить получение результатов, оптимизировать, а в ряде случаев и исключить процедуры радиохимических выделений.

Liquid scintillation spectrometry method increases accuracy of radionuclide measurement, produces results quicker, optimises the radiochemical separation processes, and in some cases makes them unnecessary altogether.

analysis methods used to measure the most abundant man-made radionuclides in mineral matrices (soils, bottom sediments, ash from air filters).

Used as matrix was ash obtained from the burning of coal with increased (5–100 times the norm for local soils) content of calcium, strontium, barium, iron, magnesium, chrome, titanium and zirconium. The content of ^{238}U and its daughter elements measured more than 400 Bq/kg, of ^{232}Th and its daughters – over 200 Bq/kg. When analysing such complex objects, separation stages are normally necessary, which are the most stable and reliable for the measurement of both the macro-components and foreign radionuclides. During RT-1, the samples weighed 50 grams, during RT-2 – 10 grams. Radon Moscow produced positive results for all seven loose samples with varying activity levels of ^{90}Sr , as well as for the standard solution, the analysis of which indicates the accuracy of instrument calibration.

ALMERA EVALUATIONS

As a result of those tests, in 2001 Radon was accepted as a member of the Analytical Laboratories for the Measurement of Environmental Radioactivity (ALMERA) network under the IAEA. The network serves to provide the involvement of international laboratories with radiation protection and radiological evaluation of areas contaminated with radioactive materials as a result of incidents or normal operation of industrial sites. The network helps all its member countries create and introduce fast and reliable standardised radiochemical processes, improve comparability of results obtained by various institutions that are members of the network, organise new qualification tests. A lot of attention

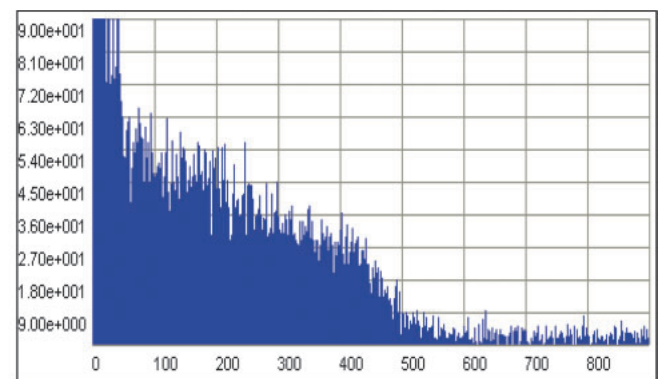
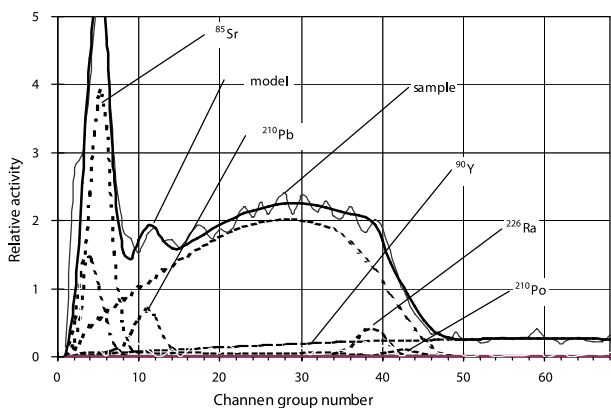


Рис.1. Расчет содержания примесей при анализе ^{90}Sr в сертифицированном образце IAEA-300 (мБк): ^{90}Sr – 476 ± 15 , ^{210}Pb – 28 ± 15 , ^{226}Ra – 16 ± 15 . Справа – оригинальный приборный спектр, слева – результаты его обработки с помощью специальных алгоритмов, реализованных в пакете «RadSpectraDec»
Fig. 1. Calculation of admixture content during ^{90}Sr analysis in certified sample IAEA-300 (mBq): ^{90}Sr - 476 ± 15 , ^{210}Pb - 28 ± 15 , ^{226}Ra - 16 ± 15 . On the right side is the original instrument-measured spectrum; on the left is the result of its processing by the special algorithms implemented in the RadSpectraDec package

В конце 2001 года внутри ALMERA были проведены первые межлабораторные сравнительные испытания. Целью тестирования была оценка аналитических возможностей определять содержание техногенных радионуклидов в минеральных матрицах. Пробами служили стандартные растворы и минеральная матрица, загрязненная гамма-излучающими радионуклидами, а также ^{90}Sr и актинидами. В качестве методов специалисты ГУП МосНПО «Радон» использовали γ -спектрометрию, методики радиохимического выделения плутония, америция и стронция, α -спектрометрию (основанную на использовании PIPS детекторов), β -радиометрию и β -спектрометрию (в ЖСС версии).

Результаты тестов МАГАТЭ подтвердили, что метод ЖС-спектрометрии позволяет достоверно разделять компоненты спектра, обусловленные излучением метки ^{85}Sr и определяемого изотопа ^{90}Sr (рис. 1). Кроме того, оригинальные программные средства, разработанные специалистами РАЭЦ (они реализованы в пакете «RadSpectraDec»), позволяют исключить из анализа примеси сторонних радионуклидов.

В рамках сети ALMERA московский «Радон» успешно прошел тесты РТ «Определение изотопов радия и урана в водных объектах» (рис. 2) и IAEA-CU-2006-04 «Определение γ -излучающих радионуклидов», а также во внеплановом тесте по проверке качества определения полония-210 IAEA-CU-2007-09 «Определение ^{210}Po в жидких пробах», организованном МАГАТЭ после терактов в Лондоне.

Итак, тесты МАГАТЭ и испытания, проведенные внутри сети ALMERA, подтвердили преимущества новой схемы измерений радиационных параметров – введение ЖС-спектрометрии в процесс исследования радионуклидного состава. Осенью 2007 года лаборатории ГУП МосНПО «Радон» в Москве и Сергиево-Посадском районе закончили измерения «слепых» проб и отправили в МАГАТЭ отчеты по выполнению теста IAEA-CU-2007-03 «Определение радионуклидов в водных объектах, почве и растительности». Подведение итогов этого теста планируется в конце января 2008 года.

is being paid to the provision of reliable and balanced reference information. ALMERA also organises training and probation of radiochemical laboratory staff and provides recommendations to governmental institutions.

In late 2001, the first inter-laboratory comparison tests within the ALMERA network were performed. The objective of the tests was to evaluate the analytical capabilities of measuring the content of man-produced radionuclides in mineral matrices. Used as samples were standard solutions and mineral matrix contaminated with gamma-emitters, as well as with ^{90}Sr and actinides. For analysis, Radon specialists used γ -spectrometry, radiochemical separation of plutonium, americium and strontium, α -spectrometry (based on PIPS detectors), β -radiometry and β -spectrometry (in liquid scintillation).

The results of the IAEA tests confirmed that the liquid scintillation spectrometry method ensures credible separation of spectrum components, conditioned by the radiation emitted by the ^{85}Sr tag and the measured isotope ^{90}Sr (see fig. 1). Also, original software developed by the Radiation Analytics Centre (the RadSpectraDec package), has the features required to exclude from the analysis the admixtures of foreign radionuclides.

In the ALMERA network, Radon Moscow successfully passed the RT tests “Measurement of radium and uranium isotopes in water objects” (see fig. 2) and IAEA-CU-2006-04 “Measurement of γ -emitters”, and the unscheduled polonium-210 measurement qualification test IAEA-CU-2007-09 “Measurement of ^{210}Po in liquid samples”, organised by the IAEA after the terrorist attacks on London.

So, the IAEA tests and the tests performed within the ALMERA network have confirmed the advantages that the introduction of the liquid scintillation spectrometry process could offer for radionuclide composition measurements. In the autumn of 2007, the Radon laboratories in Moscow and Sergiev Posad completed the measurements of “blind” samples and sent the IAEA-CU-2007-03 report “Measurement of radionuclides in water objects, soils and vegetation” to the IAEA. Results of this test are expected to be announced in late January of 2008 year.

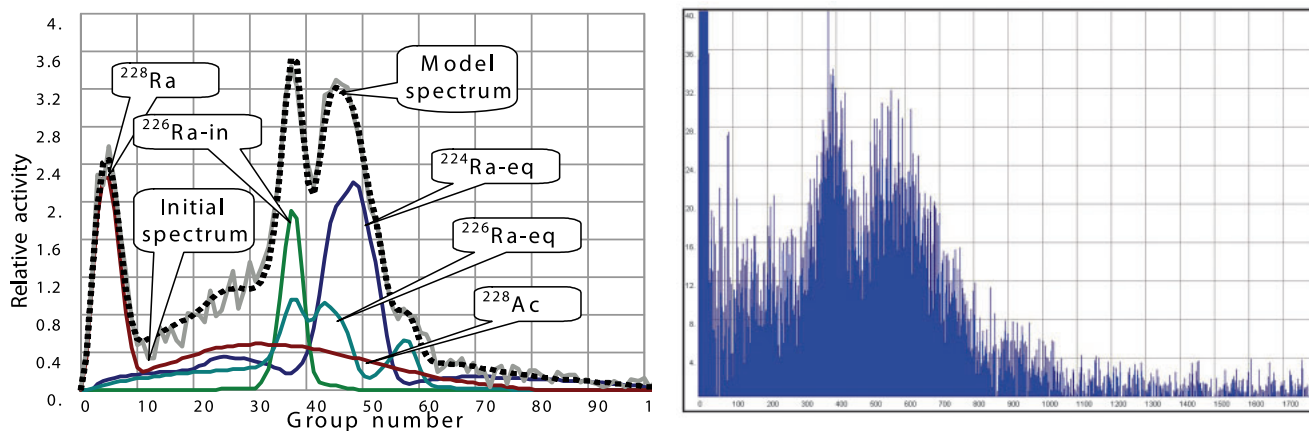


Рис. 2. Тест РТ «Определение изотопов радия и урана в водных объектах». Проба IAEA-425: минеральная вода из водолечебницы. Радиохимическое определение изотопов радия в водных объектах с использованием ЖС-спектрометра. Справа – оригинальный приборный спектр, слева – результаты его обработки с помощью специальных алгоритмов, реализованных в пакете «RadSpectraDec»

Fig. 2. RT test “Measurement of radium and uranium isotopes in water objects”. Sample IAEA-425: mineral water from a hydropathic establishment. Radiochemical measurement of radium isotopes in water objects using liquid scintillation spectrometry. On the right is the original instrument-measured spectrum; on the left is the result of its processing by the special algorithms implemented in the RadSpectraDec package