

СОГЛАСОВАНО

Зам. директора БелГИИ

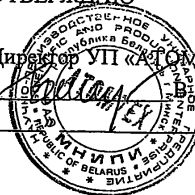
« 14 »



УТВЕРЖДАЮ

Директор УП «АТОМТЕХ»

« 14 »



В.А.Кожмякин

2015

Извещение ТИАЯ.116-2015 об изменении №5

МВИ.МН 1181-2011

Республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИИ)

Свидетельство № 896-112015
об аттестации МВИ от 14.09.2015 г.





РАЗРАБОТЧИК

Начальник отдела радиационной
метрологии - главный метролог

УП «АТОМТЕХ»

В.Д.Гузов

« 14 » 2015

УП «АТОМТЕХ»		ИЗВЕЩЕНИЕ		ОБОЗНАЧЕНИЕ			
		ТИАЯ.116-2015		МВИ МН 1181-2011			
ДАТА ВЫПУСКА		СРОК ИЗМЕНЕНИЯ				Лист	Листов
18.08.2015						2	2
ПРИЧИНА		По результатам ГКИ, акт № 12243 от 03.06.2015			Код	5	
УКАЗАНИЕ О ЗАДЕЛЕ		Задела нет					
УКАЗАНИЕ О ВНЕДРЕНИИ		-					
ПРИМЕНЯЕМОСТЬ		ТИАЯ.412151.004					
РАЗОСЛАТЬ		По данным БНТД					
ПРИЛОЖЕНИЕ		5 листов					
ИЗМ.	СОДЕРЖАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ						
5	<p>Листы 3, 4, 5, 14, 29 заменить. Изменения 1-4 оставить в действии для гамма-бета спектрометров МКС-АТ1315, изготовленных до мая 2015 г.</p>						
Составил	Ковыш			Согл.			
Проверил	Кийко			Согл.			
Т. контр.				Н. контр.	Мананкова		
				Утвердил	Маевский		
ИЗМЕНЕНИЕ ВНЕС							

1 Назначение и область применения

- 1.1 Настоящая методика устанавливает совокупность правил и процедур выполнения измерений объемной активности (ОА) и удельной активности (УА) радионуклидов ^{90}Sr , ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-бета-спектрометре МКС-АТ1315 и радионуклидов ^{137}Cs и ^{40}K на гамма-спектрометре EL 1309 в пищевых продуктах, питьевой воде, почве, сельскохозяйственном сырье и кормах, продукции лесного хозяйства, других объектах окружающей среды.
- 1.2 Диапазоны измерений ОА (УА) ^{90}Sr , ^{137}Cs и ^{40}K при плотности «сырых» проб от 0,2 до 1,6 г/см³ составляют:
- для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315:
 - от 10 до 10⁶ Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr ;
 - от 1 до 10⁶ Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs ;
 - от 20 до 2·10⁴ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K ;
 - для гамма-спектрометра EL 1309:
 - от 4 до 10⁶ Бк/л (Бк/кг) для ^{137}Cs ;
 - от 60 до 2·10⁴ Бк/л (Бк/кг) для ^{40}K .
- 1.3 Методика применяется в ходе выполнения измерений ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr , ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах и ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr в концентрированных счетных образцах проб, подготовленных к измерениям с использованием различных способов концентрирования (высушивание, выпаривание, обугливание и т.д.). Методика применяется при измерении ОА радионуклида ^{90}Sr в питьевой воде и молоке с использованием концентрирования ^{90}Sr в счетном образце (проба-фильтр) на основе волокнистого катионита ФИБАН-К-1 методом ионного обмена.
- 1.4 Измерение ОА (УА) радионуклидов ^{90}Sr , ^{137}Cs и ^{40}K в «сырых» пробах объектов радиационного контроля проводят в геометриях сосуда Маринелли 1,0 л, плоского сосуда 0,5 л и сосуда «Дента» 0,1 л. Измерения концентрированных счетных образцов проб проводят в геометриях плоских сосудов 0,2 л и 0,03 л.
- 1.5 Измерение ОА (УА) радионуклида ^{90}Sr на уровне менее 10 Бк/л (Бк/кг) выполняется для проб, подготовленных различными способами концентрирования объектов радиационного контроля. Нижняя граница диапазона измерений ОА (УА) в пересчете на исходную «сырую» пробу составляет не более:
- 0,1 Бк/л для ^{90}Sr в питьевой воде;
 - 0,8 Бк/л (Бк/кг) для ^{90}Sr в молоке и специализированном детском питании в готовом для употребления виде;
 - 1,0 Бк/кг для ^{90}Sr в картофеле, хлебе и хлебопродуктах.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике выполнения измерений (далее – МВИ) использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

- ТКП 8.003-2011 (03220) Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений. Правила проведения работ;
- ТКП 181-2009 (02230) Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей;
- ТКП 251-2010 (02080) Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения;
- СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений;
- СТБ ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике;

- СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб;
- СТБ 1050-2008 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования;
- СТБ 1051-2012 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования;
- СТБ 1052-2011 Радиационный контроль. Отбор проб хлебобулочных изделий. Общие требования;
- СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования;
- СТБ 1054-2012 Радиационный контроль. Отбор проб овощей и фруктов. Общие требования;
- СТБ 1055-2012 Радиационный контроль. Отбор проб картофеля и корнеплодов. Общие требования;
- СТБ 1056-98 Радиационный контроль. Отбор проб сельскохозяйственного сырья и кормов. Общие требования;
- СТБ 1057-98 Радиационный контроль. Отбор проб поверхностных и сточных вод. Общие требования;
- ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения;
- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;
- ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия;
- ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия;
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия;
- ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия;
- ГОСТ 12026-76 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия;
- ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия;
- ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования;
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры;
- ГОСТ 28168-89 Почвы. Отбор проб;
- ГН от 28.12.2012 №213 Государственный норматив «Критерии оценки радиационного воздействия»
- СанПиН от 28.12.2012 № 213 Санитарные правила и нормы «Требования к радиационной безопасности»;
- СанПиН от 31.12.2013 № 137 «Требования к обеспечению радиационной безопасности персонала и населения при осуществлении деятельности по использованию атомной энергии и источников ионизирующего излучения».

Примечание – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных ТНПА по каталогу, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Гармонизация требований нормативных документов Республики Беларусь и Российской Федерации приведена в **приложении А**.

3 Точность измерений

- 3.1 Границы погрешности результатов измерений ($P=0,95$) по данной методике для гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 составляют:
- (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{137}Cs в диапазоне от 1 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);
 - (20 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{90}Sr в диапазоне от 0,1 до 10^6 Бк/л (Бк/кг);

- (30 – 50) % - при измерении ОА (УА) ^{40}K в диапазоне от 20 до $2 \cdot 10^4$ Бк/л (Бк/кг).

Оценка погрешностей результатов измерений, устанавливаемая в соответствии с МИ 1552-86, осуществляется автоматически в ходе выполнения измерений средствами программного обеспечения гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315 по алгоритмам, приведенным в приложении Б.

- 3.2 Границы погрешности измерения ОА (УА) ^{137}Cs на гамма-спектрометре EL 1309 с доверительной вероятностью 0,95 по данной методике составляют (30 – 50) % в диапазоне от 4 до 10^6 Бк/л (Бк/кг).

Оценку погрешностей полученных результатов измерений с использованием гамма-спектрометра EL 1309 проводят по алгоритму, приведенному в приложении Б.

- 3.3 Показатели точности настоящей МВИ получены в ходе прецизионных экспериментов при аттестации данной методики.

Показатели точности при измерении УА ^{90}Sr были получены из международного межлабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с СТБ ИСО 5725-2-2002 в 2004 г., в который было вовлечено 17 лабораторий. Каждой лаборатории было предоставлено по три контрольных образца удельной активности ^{90}Sr (~20, 65 и 115 Бк/кг). Данные всех лабораторий были включены в расчет показателей точности.

Показатели точности при измерении УА ^{137}Cs были получены из межлабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с СТБ ИСО 5725-2-2002 в 2007 г., в который было вовлечено 10 лабораторий. Каждой лаборатории было предоставлено по три контрольных образца удельной активности ^{137}Cs (~25, 110 и 190 Бк/кг). Данные всех лабораторий были включены в расчет показателей точности.

Зависимости показателей точности от значения измеренной активности ^{90}Sr , ^{137}Cs и ^{40}K приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 Показатели точности результатов измерений активности ^{90}Sr , ^{137}Cs и ^{40}K

Измеряемая величина	Диапазон измеряемой величины, Бк/кг	Границы погрешности, %	Показатели прецизионности		
			Стандартное отклонение повторяемости S_p , Бк/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R , Бк/кг	Критическая разность CD , Бк/кг
МКС-АТ1315					
УА ^{90}Sr , Бк/кг	От 0,1 до 10	30-50	$0,064 \cdot A_{\text{изм}} + 0,018$	$0,200 \cdot A_{\text{изм}} + 0,004$	$0,390 \cdot A_{\text{ср}} + 0,0004$
	От 11 до 60	30-50	$0,082 \cdot A_{\text{изм}} + 1,496$	$0,168 \cdot A_{\text{изм}} + 0,550$	$0,310 \cdot A_{\text{ср}} + 0,7900$
	От 61 до 10^6	20-30	$0,018 \cdot A_{\text{изм}} + 5,357$	$0,046 \cdot A_{\text{изм}} + 8,036$	$0,085 \cdot A_{\text{ср}} + 14,220$
УА ^{137}Cs , Бк/кг	От 1 до 25	30-50	$0,054 \cdot A_{\text{изм}} + 0,111$	$0,079 \cdot A_{\text{изм}} + 0,354$	$0,130 \cdot A_{\text{ср}} + 0,6900$
	От 26 до 110	20-30	$0,025 \cdot A_{\text{изм}} + 0,807$	$0,071 \cdot A_{\text{изм}} + 0,411$	$0,140 \cdot A_{\text{ср}} + 0,4500$
	От 111 до 10^6	20-25	$0,004 \cdot A_{\text{изм}} + 3,096$	$0,032 \cdot A_{\text{изм}} + 4,621$	$0,070 \cdot A_{\text{ср}} + 8,5100$
УА ^{40}K , Бк/кг	От 20 до $2 \cdot 10^4$	30-50	$0,029 \cdot A_{\text{изм}} + 2,325$	$0,046 \cdot A_{\text{изм}} + 2,557$	$0,11 \cdot A_{\text{ср}} + 5,75$
EL 1309					
УА ^{137}Cs , Бк/кг	От 4 до 25	30-50	$0,054 \cdot A_{\text{изм}} + 0,111$	$0,079 \cdot A_{\text{изм}} + 0,354$	$0,13 \cdot A_{\text{ср}} + 0,69$
	От 26 до 110	30-40	$0,025 \cdot A_{\text{изм}} + 0,807$	$0,071 \cdot A_{\text{изм}} + 0,411$	$0,14 \cdot A_{\text{ср}} + 0,45$
	От 111 до 10^6	30-35	$0,004 \cdot A_{\text{изм}} + 3,096$	$0,032 \cdot A_{\text{изм}} + 4,621$	$0,07 \cdot A_{\text{ср}} + 8,51$

Приложение А

(справочное)

Сравнительная таблица ТНПА Республики Беларусь
и нормативных документов Российской Федерации

Соответствие ТНПА Республики Беларусь и нормативных документов Российской Федерации приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

ТНПА Республики Беларусь	Нормативные документы Российской Федерации
ТКП 8.003-2011 Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений. Правила проведения работ	ГОСТ 8.513-84 Государственная система обеспечения единства измерений. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения
ТКП 181-2009 Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей	Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей
ТКП 251-2010 Радиационный контроль. Отбор и подготовка проб лесной продукции. Порядок проведения	ГОСТ Р 50801-95 Древесное сырье, лесоматериалы, полуфабрикаты и изделия из древесины и древесных материалов. Порядок отбора проб и методы измерения удельной активности радионуклидов
СТБ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений	ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
СТБ ГОСТ Р 51593-2001 Вода питьевая. Отбор проб	ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб.
СТБ 1050-2008 Радиационный контроль. Отбор проб мяса и мясных продуктов, животных жиров и яиц. Общие требования	ГОСТ Р 51447-99 Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб
СТБ 1051-2012 Радиационный контроль. Отбор проб молока и молочных продуктов. Общие требования	ГОСТ 3622-68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытанию
СТБ 1052-2011 Радиационный контроль. Отбор проб хлебобулочных изделий. Общие требования	
СТБ 1053-98 Радиационный контроль. Отбор проб пищевых продуктов. Общие требования	ГОСТ ISO 7218-2011 Микробиология пищевых продуктов и кормов для животных. Общие требования и рекомендации по микробиологическим исследованиям
СТБ 1054-2012 Радиационный контроль. Отбор проб овощей и фруктов. Общие требования	ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

- И.6 После установления постоянной массы сухие остатки проб обугливают путем прокаливания на электроплитках или песчаных банях в вытяжном шкафу при периодическом перемешивании фарфоровым шпателем. Во избежание потери радионуклидов не допускается воспламенение проб. Для интенсификации процесса обугливания допускается одновременно проводить обогрев чашки с пробой инфракрасной лампой. Процесс обугливания считают законченным при прекращении вспучивания пробы и исчезновении дыма.
- И.7 Обугленные сухие остатки проб озоляют в муфельных печах. При озолении в фарфоровых тиглях зернобобовых, картофеля, корнеплодов и других проб с высоким содержанием калия во избежание сплавления вещества пробы с фарфоровыми тиглями температура не должна превышать 400 °С. Остальные пробы озоляют при температуре 550-600 °С. Для сохранности фарфоровых тиглей в процессе озоления температуру в муфельной печи повышают постепенно, а охлаждение тиглей осуществляют путем естественного остывания в выключенной печи с закрытой заслонкой.
- И.8 Процедуру термического концентрирования не обязательно доводить до полного озоления в муфельной печи. Концентрирование пробы может быть остановлено на этапе обугливания или частичного озоления при достижении значений коэффициентов концентрирования, приведенных в таблице Ж.1.
- И.9 После окончания концентрирования остывший до комнатной температуры сухой остаток растирают в фарфоровой ступке и взвешивают с погрешностью не более $\pm 2\%$ для определения коэффициента концентрирования. Подготовленную концентрированную пробу помещают в полиэтиленовый пакет и герметизируют с помощью липкой ленты. Оформляют этикетку со сведениями о пробе согласно рекомендуемой форме:
- Дата _____
 Наименование продукции _____
 (в соответствии с актом отбора пробы)
 Исходная масса пробы, $M_{\text{п}}$, г _____
 Условия подготовки _____
 (температура, время)
 Масса полученного концентрата $m_{\text{к}}$, г _____
 Коэффициент концентрирования ($M_{\text{п}}/m_{\text{к}}$) _____
 Должность, ФИО лиц, проводивших подготовку пробы _____
- И.10 Непосредственно перед измерением УА радионуклидов в пробе определяют массу счетного образца с погрешностью не более $\pm 2\%$, для чего взвешивают сосуд до и после его заполнения, а затем из второго результата вычитают первый. Массу счетного образца в граммах задают, как параметр измерения, в соответствии с разделом 5 РЭ (5.6.1).
- И.11 Измерительный сосуд заполняют равномерно по всей поверхности подготовленным концентратом. Уплотнение вещества концентрата осуществляют с помощью специального приспособления (уплотнителя), входящего в комплект поставки гамма-бета-спектрометра МКС-АТ1315, до специальной отметки, расположенной на боковой внутренней поверхности сосуда.