

Актуальные проблемы или «национальные особенности» радиационного контроля питьевой воды

Метрологические проблемы радиационного контроля воды, а также других видов радиационных измерений в основном связаны с отсутствием необходимого статуса у мер удельной активности – растворов радионуклидов, а также ограниченными калибровочными возможностями лабораторий и организаций по стандартизации в разных частях страны. Если аттестованные стандартные образцы и эталоны, адекватные измерительной задаче, отсутствуют, то метрологическая прослеживаемость измерений удельных суммарных активностей может осуществляться по регламентированным методиками процедурам с помощью градуировочных стандартов, приготовленных в виде аттестованных смесей из растворов радионуклидов, прошедших калибровку, а также чистых соединений урана и калия. Регулярные межлабораторные сличения с образцами для контроля, имеющими действительные значения измеряемых характеристик, позволяют лабораториям подтвердить не только свою техническую компетентность, но и метрологическую прослеживаемость результатов измерений.

Ключевые слова: радиационный контроль питьевой воды, калибровка, удельная суммарная (общая) альфа- и бета-активность, стандартные растворы радионуклидов, межлабораторные сличительные испытания, метрологическая прослеживаемость.

Т.М.Овсянникова, А.Е.Бахур

(Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского, г. Москва)

Комплекс проблем метрологического обеспечения радиационного контроля, ввиду их перманентности и отсутствия общей стратегии по преодолению, можно было бы считать нашей национальной особенностью, если бы не естественное желание осмыслить и улучшить ситуацию, чему и посвящена настоящая статья.

Законы о санитарно-эпидемиологическом благополучии населения и радиационной безопасности (N 52-ФЗ от 30.03.1999 и N 3-ФЗ от 09.01.1996) определили объекты и их параметры, для которых в целях охраны здоровья человека от вредного воздействия ионизирующего излучения установлены гигиенические нормативы и санитарно-эпидемиологические требования. Тем самым государство взяло

на себя регулирование радиационного контроля¹, включив его в «сферу государственного регулирования обеспечения единства измерений», где, в соответствии с законом «Об обеспечении единства измерений» N 102-ФЗ от 26.06.2008, действуют обязательные метрологические требования. Как видно из табл.1, многие объекты окружающей среды (ОС), в том числе подземные, промышленные сточные и, как ни странно, питьевые воды не входят в «Единый перечень измерений, относящихся к сфере госрегулирования...» (Постановление правительства РФ N 1847, 2020), что, по-видимому, дает основания считать, что метрологические требования к их анализу не формализованы. Характерно, что в разделе охраны ОС «Перечня» внимание сконцентрировано на загрязнении объектов (в основном поверхностных) искусственными радионуклидами (Sr, изотопы Pu); при этом повсеместно распространенные природные радионуклиды – изотопы урана (^{234,238}U),

радия (^{226,228}Ra), ²¹⁰Po, ²¹⁰Pb и др. с высокой радиотоксичностью – не рассматриваются как главный источник радиационной опасности.

Задачи измерений параметров ионизирующих излучений далеко выходят за рамки радиационного контроля, но «отечественный» подход к ним одинаков – получение качественной измерительной информации предполагает единство измерений². За рубежом, в частности, в международном стандарте ISO/IEC 17025:2017 (в РФ принят идентичный стандарт ГОСТ ISO/IEC 17025-2019) выдвигается аналогичный принцип – обеспечение метрологической прослеживаемости результатов, определяемой как «свойство результата измерения, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения посредством документированной непрерывной цепи калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерений» (цитируется по метрологическому словарю JCGM 200:2008).

Табл.1. Радиационные измерения, вошедшие в единый перечень измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

Охрана окружающей среды	Здравоохранение
<p>Мощность амбиентного эквивалента дозы фотонного излучения; плотность выпадений радионуклидов из атмосферы; суммарная бета-активность радиоактивных атмосферных выпадений; выпадения гамма-излучающих радионуклидов <i>В атмосферном воздухе:</i> суммарная объемная бета-активность радионуклидов, объемная активность гамма-излучающих, альфа-излучающих (изотопы Pu) и бета-излучающих (изотопы Sr) радионуклидов; <i>В поверхностных и морских водах, в снеге:</i> суммарная удельная альфа- и бета-активность; удельная активность гамма-излучающих, бета-излучающих (изотопы Sr, ³H) и альфа-излучающих (изотопы Pu) радионуклидов; <i>В почве и донных отложениях:</i> удельная активность гамма-излучающих, бета-излучающих (изотопы Sr) и альфа-излучающих (изотопы Pu) радионуклидов; <i>В наземной и водной биоте:</i> удельная активность гамма-излучающих, бета-излучающих (изотопы Sr, ³H) и альфа-излучающих (изотопы Pu) радионуклидов</p>	<p>Поглощенная доза в воде и биологической ткани; керма в воздухе; мощность амбиентного и направленного эквивалентов доз на рабочих местах персонала; индивидуальный эквивалент дозы для персонала; активности радионуклидов в препаратах</p> <p>Работы по обеспечению безопасных условий и охраны труда</p> <p>Мощность амбиентного эквивалента дозы и индивидуальный эквивалент дозы фотонного и нейтронного излучения; плотность потока альфа- и бета-излучения; удельная активность материалов и объектов ОС; объемная активность радиоактивных аэрозолей и газов; активность радионуклидов во всем теле, органах и тканях</p>

¹ По ГОСТ 8.638-2013 радиационный контроль – радиационные измерения, выполняемые для контролируемого объекта с целью определения степени соблюдения установленных норм (включая не превышение установленных уровней) или с целью наблюдения за состоянием объекта.

² В тексте закона N 102-ФЗ «единство измерений – состояние измерений, при котором их результаты выражены в допущенных к применению в Российской Федерации единицах величин, а показатели точности измерений не выходят за установленные границы».

Как правило, основой для сравнения служит эталон – «реализация определения данной величины с установленным значением величины и связанной с ним неопределенностью измерений», которая «может обеспечиваться измерительной системой, материальной мерой или стандартным образцом». Метрологическая прослеживаемость осуществляется до единиц величин международной системы SI, воспроизводимых государственными эталонами.

Становление метрологии ионизирующих излучений в РФ непосредственно связано с созданием и утверждением в 1969 г. Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов шести эталонных комплексов в качестве государственных эталонов («ГЭТ») и иерархи-

ческой соподчиненности (поверочных схем) эталонов, образцовых мер и рабочих средств измерений массы радия, активности радионуклидов, экспозиционной дозы рентгеновского и гамма-излучений, поглощенной дозы бета- и нейтронного излучения, потока нейтронов и плотности потока тепловых нейтронов [5]. Позднее внедрялись новые эталонные комплексы, создана сеть вторичных эталонов, усовершенствованы и оптимизированы методы и средства передачи единиц измерений. В 1990 г. во ВНИИМ и ВНИИФТРИ было 14 первичных эталонов величин, относящихся к измерениям ионизирующих излучений. Список действующих на настоящий момент государственных первичных эталонов дан в табл.2.

Табл.2. Государственные первичные эталоны системы обеспечения единства измерений характеристик ионизирующих излучений (согласно ФГИС «Аршин»).

Номер по реестру	Наименование	Институт-хранитель
ГЭТ 38-2021	ГПЭ единиц поглощенной дозы и мощности поглощенной дозы фотонного, электронного и протонного излучений	ВНИИФТРИ
ГЭТ 39-2021	ГПЭ единиц объемной активности радиоактивных аэрозолей, радона, торона и плотности потока радона	
ГЭТ 51-2017	ГПСЭ единиц плотности потока нейтронов и флюенса нейтронов для ядерно-физических установок	
ГЭТ 209-2014	ГПСЭ единицы мощности поглощенной дозы интенсивного фотонного, электронного и бета-излучений для радиационных технологий	
ГЭТ 20-2014	ГПЭ единиц активности и объемной активности нуклидов в бета-активных газах	
ГЭТ 117-2010	ГПЭ единиц мощности поглощенной дозы и мощности эквивалента дозы нейтронного излучения	
ГЭТ 177-2010	ГПЭ единиц объемной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счетной концентрации аэроионов	
ГЭТ 8-2019	ГПЭ кермы в воздухе, мощности кермы в воздухе, экспозиционной дозы, мощности экспозиционной дозы и потока энергии рентгеновского и гамма-излучений	ВНИИМ
ГЭТ 9-2018	ГПЭ единиц поглощенной дозы и мощности поглощенной дозы бета-излучения в тканеэквивалентном материале	
ГЭТ 6-2016	ГПЭ единиц активности радионуклидов, удельной активности, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников	
ГЭТ 7-2011	ГПСЭ единицы массы радия	
ГЭТ 72-2001	ГПЭ единиц потока электронов, плотности потока электронов и флюенса (переноса) электронов, потока энергии, плотности потока энергии и флюенса (переноса) энергии электронного и тормозного излучений	
ГЭТ 134-82	ГПСЭ единиц экспозиционной дозы, мощности экспозиционной дозы, потока и плотности потока энергии импульсного рентгеновского излучения	
ГЭТ 10-81	ГПЭ единиц потока и плотности потока нейтронов	
ГЭТ 73-75	ГПСЭ единицы поглощенной дозы рентгеновского излучения с максимальной энергией фотонов от 3 до 9 фДж (от 20 до 60 кэВ)	

До конца 80-х гг. 20 века метрологическое обеспечение измерений в основном было нацелено на обеспечение правильности измерений метрологических характеристик радиометров, выпускаемых предприятиями, и серийных унифицированных источников излучения, предназначенных для поверки и калибровки радиометров и дозиметров [5]. Так как требовалось решать прикладные задачи радиоэкологии, медицины и т. п., с помощью эталонных (образцовых) растворов радионуклидов (ОРР) создавали специальные эталонные источники, имитирующие реальные объекты измерений. Эти источники широко применялись в метрологических институтах, центрах стандартизации, поверочных лабораториях, на производстве и др. как образцовые и рабочие средства измерений (СИ).

Как и ранее, радиационный контроль опирается на государственный первичный эталон единиц активности радионуклидов, удельной активности, потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников «ГЭТ-6-2016», который воспроизводит и передает единицы активности радионукли-

дов, претерпевающих альфа- и бета-распад, электронный захват и спонтанное деление [1]. Сопровождающим документом к нему был ГОСТ 8.033-96, закрепивший «Государственную поверочную схему...» – цепочку передачи размеров единиц вторичным эталонам, рабочим эталонам и СИ, в число которых входили и растворы радионуклидов [2]. За счет этого были доступны меры активности и производных от нее величин, включая удельную активность радионуклидов. Исходя из текущих задач радиационного контроля, с учетом вариаций радионуклидного состава и диапазонов активностей радионуклидов в объектах ОС, могли осуществляться создание и последующая метрологическая поверка (калибровка) эталонных мер, необходимых для разработки методик измерений и контроля качества результатов. Прекращение действия ГОСТ 8.033-96 и, как следствие, отсутствие поверок ОРР, не узаконенных в качестве эталонов или СИ, негативно сказалось на уровне метрологического обеспечения исследований с учетом того, что растворы широко используются в качестве внутренних стандартов при

Табл.3. Радионуклидные источники – СИ утвержденных типов (согласно ФГИС «Аршин»).

Номер по реестру	Наименование	Обозначение типа СИ
74005-19	Источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные	ОСГИ-РТ
40714-09	Источники радионуклидные закрытые фотонного излучения эталонные	ОСГИ-Р
58304-14	Источники фотонного ионизирующего излучения радионуклидные закрытые	ОСГИ-А
46383-11	Источники фотонного излучения радионуклидные закрытые спектрометрические эталонные	ОСГИ-З
27478-04	Источники фотонного излучения радионуклидные закрытые спектрометрические эталонные	ОСГИ-З
56659-14	Источники альфа-излучения радионуклидные спектрометрические эталонные	ОСАИ
61305-15	Источники бета-излучения закрытые с радионуклидами Sr-90+Y-90	Нет данных
61304-15	Источники альфа-излучения закрытые с радионуклидом Pu-239	
44591-10	Источники радионуклидные фотонного излучения метрологического назначения закрытые	ИМН-Г
18791-99	Источники гамма-излучения образцовые	ГУ5.Р02.1206
18344-99	Источники гамма-излучения эталонные (образцовые)	ГУ5.Р01
25580-03	Источники бета-излучения эталонные с радионуклидами Ru-106+Rh-106	БИЭР
18343-99	Источники нейтронного излучения эталонные (образцовые)	НСf2.Р01

количественном определении радионуклидного состава проб. Калибровка ОРР считается недостаточной для их использования в сфере госрегулирования обеспечения единства измерений. Как видно из табл. 3 и 4, набор эталонов и стандартных образцов, так или иначе относящихся к радиометрии, крайне ограничен.

В радиационном контроле, в т. ч. контроле воды, распространены измерения суммарной (общей) альфа- и бета-активности, предназначенные для определения суммарного эффекта излучения от присутствующих в пробах радиоактивных элементов. Этот параметр практически всегда является оценочным, так как зависит от количеств радионуклидов, составляющих пробу, их соотношений, вида измеряемых ионизирующих излучений и условий измерений. Как известно, первые два фактора варьируют в природе в очень широких пределах.

Особенность радиометрии в том, что основная погрешность результата измерений

обусловлена статистическим характером радиоактивного распада – неравномерным выходом ядерных излучений, регистрируемых приборами. Статистическая ошибка (неопределенность) и предел измерения (метода) определяются интенсивностью излучения счетного образца (пробы), продолжительностью регистрации излучения и естественным радиационным фоном. В относительных измерениях, на которых основано большинство методов определения суммарной удельной активности воды, активность пробы (или ее концентрата – счетного образца) определяется как отношение скорости счета прибора (за вычетом фона) к его чувствительности: $A = N/\eta$. Под чувствительностью понимается отношение изменения сигнала на выходе радиометра к вызвавшему его изменению измеряемой величины. Измерения удельной активности обычно выполняют в насыщенных (толстых) слоях, чтобы минимизировать влияние различия радиационно-физических свойств проб и стандартов,

Табл. 4. Стандартные образцы (СО) утвержденных типов, используемые при измерениях активности и удельной активности радионуклидов (вкл. медицинские), согласно ФГИС «Аршин».

Номер по реестру	Наименование	Наименование аттестованной характеристики
ГСО 8182-2002	СО удельной активности плутония-239 в закиси-оксида урана (комплект СОУ Pu)	Удельная активность радионуклида Pu-239, Бк/г урана
ГСО 8181-2002	СО удельной активности нептуния-237 в закиси-оксида урана (комплект СОУ Np)	Удельная активность радионуклида Np-237, Бк/г урана
ГСО 6247-91	СО удельной активности – имитанты самопоглощения бета-излучения радионуклида К-40 (комплект СО ИСБ-К)	Удельная активность радионуклида К-40 в образце, Бк/мг
ГСО 6246-91	СО удельной активности – имитанты самопоглощения бета-излучения радионуклидов Sr-90+Y-90 (комплект СО ИСБ-С)	Удельная активность радионуклида Sr-90+Y-90 в образце, Бк/мг
ГСО 2993-82	Набор стандартных образцов раствора радионуклида С-14 в толуоловом сцинтилляторе с гашением (СОРРУТ)	Активность радионуклида в источнике, Бк
ГСО 10958-2017/ ГСО 10974-2017	СО активности радионуклида в композитном материале на основе пластических масс (набор РАДЭК)	Активность радионуклида, Бк
ГСО 7072-93	СО активности Eu-152 (ОПСГИ)	Активность Eu-152, Бк
ГСО 6492-92	СО активности Eu-152 (ОВСГИ)	Активность Eu-152, Бк
ГСО 4551-89/ 4560-89	СО активности радионуклида в объемном твердотельном источнике гамма-излучения медицинского назначения, комплект СО ИГИМ-ОТ	Активность радионуклида в источнике, Бк
ГСО 3499-86/ 3503-86	СО активности источников медицинского назначения (комплект СО ИГИМ)	Активность радионуклида в источнике, Бк

используемых для градуировки. Один из главных источников неопределенности в этом случае – варьирующий радионуклидный состав проб (точнее – энергетический спектр регистрируемого излучения), не совпадающий с градуировочным стандартом, и его изменение во времени за счет продолжающегося распада (или накопления) радионуклидов.

В пробах воды, содержащих неравновесное количество ^{224}Ra (без материнского изотопа ^{228}Ra), наблюдается закономерное снижение альфа-активности: в соответствии с периодом полураспада ^{224}Ra (~3,6 сут.) активность падает примерно в 4 раза в течение недели после пробоотбора; при этом образование дочерних продуктов распада (ДПР) ^{224}Ra с энергиями альфа-излучения более 6 МэВ обуславливает завышение показаний прибора, градуированного по ^{239}Pu или ^{241}Am с более низкими энергиями альфа-частиц.

Эманирование (выделение радона из счетного образца), при котором «реальная» чувствительность измерений резко увеличивается вследствие поступления в пространство между счетным образцом и детектором высокоэнергетичных ДПР радона, является критическим фактором возникновения грубых ошибок при определении суммарных альфа- и бета-активностей проб объектов ОС, содержащих изотопы радия. Для уменьшения этого эффекта во многих методиках измерений предложено переводить концентраты проб в сульфатную форму, удерживающую радон в кристаллической матрице счетного образца.

Среди факторов, влияющих на качество измерений суммарной альфа-активности, можно выделить соответствие вещественного состава пробы и градуировочного стандарта, их атомных масс, дисперсность и однородность, соблюдение одинаковой геометрии измерений, влажность, равномерность нанесения анализируемого материала на подложку и др. При измерениях суммарной бета-активности важны

соблюдение геометрии измерений, влажность проб, степень их дисперсности. Принципиальное значение имеют уровни дискриминации радиометров, в т. ч. способность к регистрации импульсов с наиболее низкими амплитудами (энергиями частиц). Все эти факторы (ограничения метода) рассматриваются и, при необходимости, учитываются в методиках пробоподготовки и измерений, подходящих для конкретных объектов контроля и исследовательских задач.

Иногда задача не может быть решена данным методом. В этой связи интересны результаты межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) по контролю качества измерений удельной активности бета-излучающих радионуклидов в водных растворах, проведенных ВНИИНМ [4]. В МСИ приняли участие 26 лабораторий, которым предложили определить активность бета-излучающих радионуклидов в образце контроля (ОК) – растворе с внесенной добавкой ^{90}Sr (+ ^{90}Y). Исследования выполнялись по 16 разным методическим документам (в большинстве случаев методикам определения суммарной бета-активности водных проб) с использованием СИ различных типов. Качество измерений оценивали, сопоставляя результаты лабораторий с «аттестованным» значением ОК, равным сумме известных индивидуальных активностей ^{90}Sr и ^{90}Y в добавке. Получено около 20% неудовлетворительных результатов (все заниженные); из остальных удовлетворительных – более 60% заниженных. На наш взгляд, причина этого – разный по высоте энергетический «порог» радиометров (для «Quantulus 1220» – практически 0, «УМФ-2000» – 50 кэВ, «МКГБ-01 «РАДЭК» – 150 кэВ и др.), в той или иной степени отсекающих низкоэнергетичные бета-частицы. Активность ^{90}Sr невозможно корректно определить по общему (интегральному) счету бета-частиц для приборов с относительно высоким порогом дискриминации,

так как значительная часть бета-излучения ^{90}Sr (в отличие от ^{90}Y) не достигает анализатора (средняя энергия бета-излучения ^{90}Sr и ^{90}Y составляет примерно 196 и 934 кэВ соответственно). Теоретически, чем выше порог дискриминации прибора, тем больше занижение суммарной бета-активности ОК. Как альтернативу, можно рекомендовать разделить данные МСИ на группы по типу применяемых СИ (и/или по методикам измерений), для которых отдельно провести статистическую обработку, используя, в зависимости от ограничений СИ (методик), то же действительное значение ОК или, с учетом ГОСТ Р 50779.60-2017, согласованное значение результатов лабораторий.

Научно-исследовательское метрологическое отделение АО «ВНИИНМ» проводит сличения, ориентированные на предприятия Росатома, так что активности ОК в исследованиях достаточно высокие, радионуклидный состав в основном техногенный. Межлабораторные сличения с определением удельных суммарных альфа- и бета-активностей в образцах, имитирующих пробы питьевых вод, ежегодно организует ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора. Метрологическая служба ФГБУ «ВИМС» – еще один организатор проверок, рассчитанных преимущественно на лаборатории геологической и природоохранной отраслей (проводятся определения суммарных показателей и удельных активностей природных и искусственных изотопов в твердых сыпучих материалах и водах разного типа).

Для лабораторий МСИ являются единственным доступным и понятным способом «продемонстрировать» свою техническую компетентность, особенно в сложной ситуации, описанной выше, поэтому заинтересованность в них очень высока. В некоторых случаях, когда приписанные значения изме-

ряемых характеристик ОК метрологически прослеживаются к государственным эталонам, как в рассмотренных сличениях ВНИИНМ, ОК потенциально могут служить основой для сравнения в цепи прослеживаемости.

Остановимся подробнее на том, что представляют собой показатели суммарной (общей) альфа- и бета-активности проб воды и как метрологически прослеживаются результаты их измерений в РФ и за рубежом.

На предварительном («скрининговом») уровне радиационного контроля питьевой воды, закрепленном МУ 2.6.1.1981-05 [3], обычно используют один из способов концентрирования радионуклидов в счетном образце: 1) выпаривание, 2) соосаждение на носителе. Анализ небольшой аликвоты пробы жидкостно-сцинтилляционным методом без предварительного концентрирования пока менее распространен. Ограничения этих методов известны. Выпаривание пробы досуха влечет за собой неконтролируемую потерю части летучих радионуклидов (^{129}I , ^{131}I , ^3H , ^{222}Rn и др.). При соосаждении невозможно обеспечить полноту выделения бета-излучающих радионуклидов. Результаты измерений общей интенсивности альфа- и бета-излучения от счетного образца сравниваются с соответствующими замерами стандарта (образца сравнения) с известными удельными активностями альфа- и бета-излучающих радионуклидов, на основании чего по процедуре градуировки³ определяются удельные суммарные альфа- и бета-активности в пробе. Эти показатели не являются точными количественными характеристиками радионуклидного состава водных проб, так как напрямую зависят от стандартов и других указанных особенностей анализа. Несмотря на это, значения суммарных показателей сопоставляются с принятыми контрольными уровнями, после чего принимается решение о необходимости проведения

³ В зарубежных источниках используется термин «calibration», что в данном случае соответствует градуировке.

количественного радионуклидного анализа пробы. В РФ уровни 0,2 и 1,0 Бк/кг по суммарной альфа- и бета-активности (соответственно) приняты федеральным законодательством для предварительной оценки качества питьевой воды. Согласно НРБ-99/2009 (п. 5.3.5), если измеренные значения ниже, то «дальнейшие исследования воды не являются обязательными. В случае превышения указанных уровней проводится анализ содержания радионуклидов в воде. Приоритетный перечень определяемых при этом радионуклидов в воде устанавливается в соответствии с санитарным законодательством». В дальнейшем с целью мониторинга надзорными органами могут устанавливаться другие, «повышенные» контрольные уровни суммарных активностей для какого-либо эксплуатируемого объекта (скважины и т. п.).

Неопределенность измерений суммарных показателей высока и лишь частично уменьшается путем строгой регламентации условий анализа (метода пробоподготовки, стандарта, порога дискриминации и т. п.), поэтому метрологическая прослеживаемость измерений, каким бы способом она не осуществлялась, не дает уверенности в отсутствии заметных систематических ошибок. В этих обстоятельствах прослеживаемость возможна либо к СИ, прошедшему калибровку, либо к выбранному градуировочному стандарту, если соответствующая процедура градуировки регламентируется методикой измерений. Это же справедливо и для других объектов – природных вод, растительности, почв и т. п. Согласно Договору ЕАЭС, метрологическую прослеживаемость измерений также может обеспечивать поверка, что обуславливается текущей ситуацией с реализацией ранее разработанных стандартов, методик измерений и т. п., базирующихся на теории погрешности (цитируется по сайту Госстандарта Беларуси).

Данный принцип работает в методах ISO 9697:2018 «*Water quality. Gross beta*

activity in non-saline water. Test method using thick source» и ISO 10704:2019 «*Water quality. Gross alpha and gross beta activity. Test method using thin source deposit»*, на что прямо указано в их преамбуле. Методы адаптируются таким образом, чтобы диапазон измерений, пределы обнаружения, неопределенности и порог принятия решения гарантировали, что полученные результаты могут быть достоверно сопоставлены с соответствующими допустимыми уровнями. ISO 10704:2019 подходит для экспрессного анализа воды из небольшой аликвоты и позволяет выполнять измерения общей («*gross*») активности нелетучих альфа- и бета-излучающих радионуклидов с энергиями более 100 кэВ. Энергии бета-излучения ^3H , ^{55}Fe , ^{241}Pu ниже этого порога; также не будет детектироваться часть бета-излучения ^{14}C , ^{35}S , ^{63}Ni , ^{210}Pb , ^{228}Ra . Метод предполагает выбор стандартов сравнения, содержащих альфа- и бета-излучающие радионуклиды, в зависимости от типа радиоактивного загрязнения анализируемых объектов. Для градуировки радиометров по чувствительности к альфа-излучению рекомендовано использовать образцы сравнения с искусственными радионуклидами на основе стандартных растворов ^{241}Am и ^{239}Pu . Также разрешено применять соединения природного урана (или с известным изотопным составом), активность которых рассчитывают, исходя из содержаний изотопов и физических констант (в данном случае калибровка растворов не нужна, но есть вероятность завышения результатов при анализе проб с преимущественно искусственным составом радионуклидов). В качестве стандарта сравнения при определении бета-активности рекомендован хлорид калия, высушенный до постоянной массы при 105 °С; также можно использовать стандартные растворы ^{90}Sr ($+^{90}\text{Y}$) или ^{137}Cs .

В США требования по безопасности питьевой воды изложены в документе федераль-

ного значения «*Safe Drinking Water Act*» (SDWA), в соответствии с которым Агентством по защите окружающей среды (USEPA) одобрены методики определения радионуклидов, приведенные в электронном Кодексе федеральных правил (CFR), ст. 40, параграф 141.25 [8]. Для измерений общей (суммарной) альфа- и бета-активности в воде может применяться какая-либо из девяти методик измерений или аналогичные официально признанные методы [7]. При использовании методов с выпариванием проб и соосаждением радионуклидов в качестве градуировочных стандартов рекомендованы природный уран, ^{230}Th , ^{241}Am [8].

В методических указаниях [3] «для обеспечения сопоставимости и воспроизводимости результатов измерения суммарной альфа- и бета-активности рекомендуется использование единого способа концентрирования радионуклидов – выпаривания (в соответствии с устаревшими версиями документов МУ 2.1.4.682-97, ISO 9696, ISO 9697) и единых стандартов сравнения – сульфата калия (радионуклид ^{40}K) и сульфата кальция с гомогенно распределенным ^{239}Pu как наиболее близких к реальным счетным образцам по матричному и спектральному составу излучения».

Стандартные образцы (как жидкие, так и твердые) с сертифицированными значениями удельных суммарных альфа- и бета-активностей в этой области радиационных измерений отсутствуют. Их создание, с учетом всех рассмотренных выше факторов, вряд ли оправдано, к тому же затраты на разработку, создание, аттестацию, утверждение типа стандартных образцов (в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений допускается использование стандартов утвержденного типа) ложатся исключительно на плечи заинтересованного лица. Те же проблемы распространяются и на радионуклидный анализ воды, выполнение которого обязательно

в случае превышения суммарных показателей активности, причем они даже более критичны, так как измерения удельных активностей радионуклидов строго количественные.

За рубежом не возникает вопросов к определению суммарных активностей и радионуклидного состава жидких проб (а также аттестации методик, создания образцов для контроля и т. п.), так как допущены к применению разнообразные стандартные растворы радионуклидов.

В РФ, за небольшим исключением (табл.4), аналогичные растворы не имеют ни статуса стандартных образцов, ни, как уже говорилось, статуса эталонов или СИ. При этом их калибровка в аккредитованной в национальной системе аккредитации лаборатории, согласно ISO/IEC 17025:2017, дает метрологическую прослеживаемость как самим растворам, так и образцам сравнения, приготовленным из них в виде аттестованных смесей по регламентированным процедурам с определением метрологических характеристик (см. РМГ 60-2003). Образцы сравнения на основе урана и калия (последний содержит постоянную массовую долю ^{40}K) теоретически не требуют калибровки, для них достаточен расчет удельных активностей с использованием ядерно-физических постоянных. В ФГИС «Аршин» есть сведения о стандартных образцах состава раствора урана ГСО 10353-2013 – ГСО 10357 2013 и ГСО 2893-84 (водные растворы уранила азотнокислого, концентрация от 1 до ~120 г/дм³), однако в данный момент техническая документация на типы стандартных образцов не актуализирована (производители – ПО «Маяк», «Геологоразведка» и Радиевый институт им. В.Г. Хлопина), а предназначение этих образцов, согласно устаревшим описаниям, несколько иное. Другие растворы радионуклидов в сфере госрегулирования, как уже говорилось, не узаконены, пока не актуализирован ГОСТ 8.033-96 или не утверждены их типы.

Помимо всего, необходимость лицензирования лабораторий, работающих с веществами с высокой радиоактивностью, малый срок сохранения установленных характеристик жидких образцов и их высокая цена не способствуют их повсеместному применению. ГСО 9969-2011 – твердый стандартный образец состава калия хлористого, аттестованный по массовой доле соли калия (производитель – УНИИМ, филиал ВНИИМ им. Д.И. Менделеева), применим для градуировки радиометров по суммарной бета-активности.

Проблема «стандартных растворов» касается и других видов радиационных измерений, без растворов с «аттестованными» характеристиками невозможны разработка, аттестация и применение количественных методик определения радионуклидов, контроль точности измерений.

В общем, здесь можно остановиться и сделать следующие выводы и предложения:

1) метрологическое обеспечение радиационных измерений в сфере госрегулирования требует усовершенствования, в первую очередь связанного с актуализацией ГОСТ 8.033-96 и утверждением типов стандартных растворов радионуклидов;

2) необходимо расширение калибровочных возможностей лабораторий и организаций по стандартизации в разных частях страны (относительно растворов радионуклидов и изготовленных из них образцов сравнения);

3) текущий уровень метрологического обеспечения измерений суммарных альфа- и бета-активностей не оставляет иных выходов обеспечения прослеживаемости, кроме градуировки поверенных СИ с использованием аттестованных смесей на основе калиброванных растворов радионуклидов, а также соединений урана и калия с установленными расчетным путем значениями удельных активностей;

4) регулярное участие в МСИ с образцами для контроля, имеющими действительные

значения измеряемых характеристик (удельных суммарных альфа- и бета-активностей, удельных активностей радионуклидов в объектах ОС, включая воды), позволяет лабораториям подтверждать не только свою техническую компетентность, но и метрологическую прослеживаемость измерений;

5) результаты МСИ по определению удельных суммарных альфа- и бета-активностей следует обрабатывать с разделением на группы по типу измерительной аппаратуры и/или методикам измерений и оценивать в соответствии со свойствами образцов для контроля и поставленными задачами исследований.

Есть надежда, что некоторые из указанных проблем будут устранены при внесении изменений в «Государственную поверочную схему для средств измерений активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц, фотонов радионуклидных источников» в связи с анонсированным «введением в поверочную схему нового вида эталонов активности и удельной активности радионуклидов – государственных стандартных образцов» [6].

В завершение авторы хотели бы обратиться к специалистам, занимающимся радиационным контролем, производителям измерительной аппаратуры и стандартных образцов, провайдерам МСИ, экспертам по аккредитации, представителям метрологических институтов и служб, законодательных и контролирующих государственных органов с тем, чтобы согласовать, инициировать и довести до логического конца необходимые изменения в нормативной и практической базе метрологического обеспечения радиационных измерений, чтобы она соответствовала действующему законодательству Российской Федерации, была гармонизирована с международными стандартами, отвечала потребностям заказчиков и исполнителей радиационных измерений.

Литература

1. Брегадзе Ю.И., Степанов Э.К., Ярына В.П. Прикладная метрология ионизирующих излучений. М.: Энергоатомиздат, 1990. 264 с.
2. ГОСТ 8.033-96. Государственная поверочная схема для средств измерений активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников. Доступ из справ.-правовой системы «Техэксперт».
3. МУ 2.6.1.1981-05. Методические указания. 2.6.1. Ионизирующее излучение, радиационная безопасность. Радиационный контроль и гигиеническая оценка источников питьевого водоснабжения и питьевой воды по показателям радиационной безопасности. Оптимизация защитных мероприятий источников питьевого водоснабжения с повышенным содержанием радионуклидов. С изменением N 1. Доступ из справ.-правовой системы «Техэксперт».
4. Отчет N 532/859-2021 «О проведении межлабораторных сличительных испытаний по контролю качества измерений удельной активности бета-излучающих радионуклидов в водных растворах в организациях Госкорпорации «Росатом» по программе П.МСИ.У АБ-532-029-2021». АО ВНИИНМ. URL: https://bochvar.ru/download_files/MSI (дата обращения 16.05.2022).
5. Харитонов И.А. К столетию отдела измерений ионизирующих излучений ВНИИМ им. Д.И. Менделеева. Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева. URL: <https://www.vniim.ru/files/ion-izm-s6.pdf> (дата обращения 16.05.2022).
6. Шильникова Т.И., Алексеев И.В., Аршанский С.М. Проблемы и перспективы в области испытаний средств измерений ионизирующих излучений в целях утверждения типа. Часть 1 // АНРИ. 2022, N 3(110). С. 49-60.
7. Compendium of EPA-approved analytical methods for measuring radionuclides in drinking water / United States Environmental Protection Agency. URL: <https://www.epa.gov/esam/compendium-epa-approved-analytical-methods-measuring-radionuclides-drinking-water> (дата обращения 16.05.2022).
8. 40 CFR § 141.25 – Analytical methods for radioactivity. Cornell Law School. URL: <https://www.law.cornell.edu/cfr/text/40/141.25> (дата обращения 16.05.2022).

Actual Problems or «National Peculiarities» of Radiation Monitoring (of Drinking Water)

Ovsiannikova Tatyana¹, Bakhur Alexander¹

¹All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N.M. Fedorovsky, Moscow, Russia

Abstract. Relevant metrological problems of monitoring radiation in water, as well as other types of radiation measurements, are mainly related to insufficient status of measures of specific activity (standard solutions of radionuclides) and limited calibration capabilities in laboratories and standardization organizations in different regions of Russia. If there are no certified reference materials and measurement standards adequate for a measurement task, then metrological traceability of measurements can be carried out according to calibration procedures regulated by measuring methods using calibration standards prepared as certified mixtures from calibrated solutions of radionuclides, as well as pure uranium and potassium compounds. Regular inter-laboratory comparisons with control samples having reference quantity values of the measured parameters allow laboratories to confirm their technical competence and the metrological traceability of measurement results.

Key words: radiation monitoring of drinking water, specific total activity, standard radionuclide solutions, interlaboratory comparisons, metrological traceability.

Т.М.Овсянникова (к.т.н., в.н.с.), А.Е.Бахур (д.г.-м.н., г.н.с.) – Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского, г. Москва.

Контакты: тел. +7 (495) 959-34-33; e-mail: aife@yandex.ru.