

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2026-2-160-166>
УДК: 543.621

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ ПОВТОРЯЕМОСТИ И ВНУТРИЛАБОРАТОРНОЙ ПРЕЦИЗИОННОСТИ МЕТОДИКИ НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОГО АНАЛИЗА ПО КОРОТКОЖИВУЩИМ РАДИОНУКЛИДАМ НА ВВР-К

**С. Г. Ленник^{1*}, К. А. Бедельбекова¹, И. Ю. Силачев¹, Е. К. Соколенко¹,
Т. В. Суздальцева¹, Д. В. Мирхаджи¹, С. К. Ыдырышева^{1,2}**

¹ Институт ядерной физики Агентства Республики Казахстан по Атомной энергии, Алматы, Казахстан

² Satbayev University, Алматы, Казахстан

*E-mail для контактов: lennik_s@inp.kz

В настоящее время ведется разработка новой методики выполнения измерений (МВИ) для нейтронно-активационного анализа (НАА) по короткоживущим радионуклидам. Активация проб осуществляется с помощью пневмотранспортной системы (со встроенным специализированным спектрометрическим комплексом), интегрированной в выделенный горизонтальный канал исследовательского ядерного реактора ВВР-К в Институте ядерной физики (г. Алматы). Условия для набора экспериментальных данных и алгоритмы расчета метрологических характеристик определялись согласно требованиям действующей нормативной базы и Государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Для широкого диапазона содержаний элементов Al, Cl, Cu, Dy, In, Mn, Ti, V выполнены расчеты показателей повторяемости и внутрилабораторной прецизионности МВИ.

Полученные результаты предназначены для подготовки к аттестации и внесению данной МВИ в государственный реестр средств измерений РК. Методика, аналогов которой в настоящее время нет ни в РК, ни на постсоветском пространстве, предназначена для использования на конкретном уникальном экспериментальном оборудовании для исследования твердых порошковых проб.

Ключевые слова: нейтронно-активационный анализ, пневмотранспортная система, короткоживущие радионуклиды, массовые доли, элементы, метрологические показатели, методика выполнения измерений

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время по всему миру наблюдается значительное уменьшение числа действующих исследовательских реакторов и соответствующих аналитических центров проведения нейтронно-активационного анализа (НАА) [1, 2]. При этом для успешного решения прикладных задач различных отраслей промышленности, включая экологию, геологию, геохимию, археологию, необходимы надежные аналитические данные по элементному составу. НАА является надежным методом определения элементного состава образцов минерального сырья, руд, почвы, керамики, других твердых материалов, не требует сложной пробоподготовки и предварительного химического разложения как, например, атомно-эмиссионная и масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой [3-6].

В Институте ядерной физики Республики Казахстан (ИЯФ РК) исследования методом НАА выполняются на КИР ВВР-К (комплекс исследовательского реактора водо-водяной реактор Казахстанский) [7]. Для проведения исследований по короткоживущим радионуклидам (КЖР) в горизонтальном канале ВВР-К установлена автоматизированная пневмотранспортная система (ПТС) [8-9] для облучения образцов и регистрации спектров наведенного гамма-излучения спустя заданное время «остывания» (интервал

времени между окончанием облучения и началом регистрации спектра).

Для получения надежных аналитических данных методом НАА по КЖР проводится разработка, подготовка к аттестации новой методики выполнения измерений. Все работы проведены согласно действующей нормативной документации Республики Казахстан в области обеспечения единства измерений.

В статье представлены результаты по определению метрологических показателей повторяемости и внутрилабораторной прецизионности НАА по КЖР на ВВР-К с использованием ПТС для элементов Al, Cl, Cu, Dy, In, Mn, Ti и V, определяемых методом НАА только по КЖР. Предполагается, что МВИ НАА по КЖР будет использоваться в одной лаборатории. Независимость результатов наблюдений означает, что результаты получены таким образом, что отсутствует влияние предыдущих результатов на том же самом или аналогичном объекте наблюдений.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

НАА основан на измерениях гамма-излучения радионуклидов, образующихся в результате ядерных реакций при активации пробы потоком нейтронов. Облучение образцов на реакторе ВВР-К проводилось на ПТС с потоком тепловых нейтронов в облучатель-

ной камере 3×10^{12} н см²с⁻¹. Облучение исследовательских образцов и аттестованных стандартных образцов с известным содержанием определяемых элементов проводят в одинаковых условиях. Затем выполняют регистрацию спектров гамма-излучения наведенной активности, определение активности радионуклидов и расчет концентраций соответствующих элементов и пределов их обнаружения [10].

В условиях одной лаборатории для обеспечения внутрилабораторной прецизионности (независимости результатов) эксперимент был построен следующим образом: из каждого образца было отобрано по 20 аликвот (навесок) одинаковой массы, разделенных на 4 партии по 5 навесок [11-13]. Для пробоподготовки использовались аналитические весы 1-го класса точности Mettler Toledo ML204T/A00 с диапазоном измеряемых масс от 10 мг до 220 г и дискретностью 0,1 мг. Навески массой 100-200 мг запаивали в двойные полиэтиленовые пакеты размером 1×1 см, размещали в транспортные капсулы из полиэтилена марки HDPE [9]. Партии образцов (по 5 штук) исследовали в разное время (разные дни и кампании работы реактора ВВР-К), разными операторами, причем все 5 навесок одной партии облучались последовательно друг за другом в один день. Для исследования образцов почвы и руды устанавливалось время облучения $T_{\text{обл}}=60$ с, масса навески 200 мг, для исследования концентратов – $T_{\text{обл}}=60$ с, масса 100 мг. Для исследования растительности навески массой 200 мг запрессовывались в таблетки, время облучения составляло от 120 до 300 с. Режим облучения подбирался экспериментально для каждого образца с учетом его состава для обеспечения наилучшей спектральной картины наведенного излучения. Для контроля стабильности потока нейтронов регулярно проводилось облучение монитора потока из нихромовой проволоки массой 10 мг.

Регистрация спектров наведенной активности облученных проб проводилась на гамма-спектрометрах с полупроводниковыми детекторами из особо чистого германия и многоканальными цифровыми анализаторами DSA-1000 на 16 000 каналов. Через 10 минут после окончания облучения выполнялась регистрация спектров на интегрированном в ПТС горизонтальном гамма-спектрометре для определения радионуклидов Al, V, Ti, Cl, Cu и других с периодом полураспада несколько минут. Через 2 часа после окончания облучения на вертикальном отдельно стоящем гамма-спектрометре выполнялась регистрация спектров для определения Mn, In, Du и других. Градуировка спектрометров по энергии и эффективности выполнялась с применением набора образцовых источников ионизирующего излучения АО Ритверц, РФ. Обработка спектров проводилась с использованием программного обеспечения (ПО) Genie-2000. Для расчета массовых долей элементов и контроля качества испытаний [14-

15] использовали стандартные образцы состава, внесенные в реестр ГСИ РК: черный сланец СЧС-1 ГСО 8549-2004 KZ.03.02.02652-2017, габбро эссекситовое СГД-2а ГСО 8670-2005 KZ.03.02.02411-2016; субщелочной гранит СГ-4 ГСО 10135-2012 KZ.04.02.01693-2023, апатит ГСО 2463-82 ФГБУ «ИМГРЭ» БГТЭ МО РФ МСО 1318:2006; травосмесь Тр-1 ГСО 8922-2007 KZ.03.02.02950-2018, лист березы ЛБ-1 ГСО 8923-2007 KZ.03.02.02948-2018, концентраты сульфида медного OREAS 995 KZ.04.02.02291-2024 и OREAS 996 KZ.04.02.02939-2025.

ПРОЦЕДУРА ОЦЕНКИ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МВИ

Оценка метрологических показателей проводилась согласно нормативным документам [11-14].

Повторяемость (сходимость) результатов измерений – это степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (параллельных определений), т.е. одним и тем же методом на идентичных объектах, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

Показатель повторяемости методики анализа в соответствии с разделом 5.2.1 РМГ 61-2010 [11] рассчитывается по формуле (1):

$$S_{r,m} = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^L s_{m,l}^2}{L}}, \quad (1)$$

где $S_{r,m}$ – средние квадратические отклонения (СКО), характеризующие повторяемость результатов единичного анализа (параллельных определений), полученных для содержания, соответствующего содержанию компонента в m -м объекте анализа. Индексы r, m обозначают предел повторяемости (repeatability – повторяемость) для m результатов параллельных определений, установленных методикой анализа;

$S_{m,l}^2$ – выборочная дисперсия результатов единичного анализа содержания компонентов в m -ом объекте анализа, полученная в условиях повторяемости;

L – количество серий. Для расчета показателя повторяемости массив измерений был разбит на 4 серии (L) по 5 измерений (m) в каждой.

Расчеты выполнены с использованием программы Microsoft Excel.

На рисунке 1 представлен пример вычисления метрологических показателей МВИ НАА КЖР и проверки пригодности экспериментальных данных. Исходные данные массовых долей (в мг/г) вносят в ячейки В3-В22. В ячейках А3-А22 массовые доли переводятся программой в проценты, для проведения дальнейших вычислений. Для проверки гипотезы о равенстве генеральных дисперсий использовали критерий Кохрена (G) [11, раздел 5.2.1]. На рисунке 1 расчетное значение критерия Кохрена $G_{\text{эксп}}$ на-

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ ПОВТОРЯЕМОСТИ И ВНУТРИЛАБОРАТОРНОЙ ПРЕЦИЗИОННОСТИ МЕТОДИКИ НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОГО АНАЛИЗА ПО КОРОТКОЖИВУЩИМ РАДИОНУКЛИДАМ НА ВВР-К

ходится в ячейке F17. Табличное значение критерия Кохрена получено из таблицы И.1 РМГ 61-2010 [11, стр.51] для доверительной вероятности 95%, числа степеней свободы $\nu=N-1$ (в нашем случае – 4), и $f=L$, соответствующего числу суммируемых дисперсий (в нашем случае – 4) этот показатель равен 0,629 (ячейка F18). Если $G_{\text{экс}} > G_{\text{табл}}$, то соответствующее ($S^2_{m,l}$) из дальнейших расчетов исключают. Если вычисленное значение меньше табличного $G_{\text{экс}} \leq G_{\text{табл}}$, что соответствует выполнению критерия Кохрена, то значения $S^2_{m,l}$ из ячеек F14, G14, H14 и I14 используются

в формуле (1) для расчета показателя повторяемости $S_{r,m}$. Рассчитанное значение $S_{r,m}$ расположено в ячейке F26 (помечено красной заливкой).

Внутрилабораторная прецизионность – степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в условиях вариации всех факторов, формирующих разброс результатов при применении методики анализа в конкретной лаборатории. Согласно требованиям 5.2.2 РМГ 61-2010 [11], показатель внутрилабораторной прецизионности $S_{R,L,m}$ методики анализа рассчитывают по формуле (2):

E45										
Mn		Повторяемость								
%	мг/кг			1	2	3	4			
0,320875	3208,75	Измерение 1		0,320875	0,28732	0,28804	0,28520			
0,2792177	2792,177	Измерение 2		0,279218	0,28369	0,28876	0,28385			
0,2812334	2812,334	Измерение 3		0,281233	0,28446	0,27874	0,27891			
0,2863448	2863,448	Измерение 4		0,286345	0,29445	0,28458	0,28152			
0,2892203	2892,203	Измерение 5		0,289220	0,27907	0,28030	0,24126			
0,287317	2873,17									
0,2836913	2836,913									
0,2844557	2844,557	$\bar{C}_{m,l}$ Среднее значение, мг/кг		0,291378	0,285796	0,284087	0,274148			
0,2944455	2944,455	СКО повторяемости, мг/кг		0,016962	0,005670	0,004490	0,018540			
0,2790698	2790,698	относительное СКО, % (CV)		5,82	1,98	1,58	6,76			
0,2880437	2880,437	$S^2_{m,l}$ (СКО повторяемости) ² , мг/кг		0,000288	0,000032	0,000020	0,000344			
0,2887649	2887,649	max (СКО повторяемости) ² , мг/кг		0,000344						
0,2787437	2787,437	сумма (СКО повторяемости) ² , мг/кг		0,000684						
0,284579	2845,79	$G_{\text{экс}}$		0,503						
0,280302	2803,02	$G_{\text{табл}} (v=N-1; f=L; P=0.95)$		0,629						
0,2851984	2851,984	Дисперсии однородны?		да						
0,28385	2838,5	Счет		20						
0,2789141	2789,141	СКО		0,013588335						
0,2815175	2815,175	средн		0,28385219						
0,24126	2412,6	Доверительный интервал		0,005955241						
		СКО общего среднего, мг/кг		0,007						
		$S_{r,m}$ СКО повторяемости методики, мг/кг		0,013074						
		Общее среднее, $\bar{X}_{\text{ср}}$, мг/кг		0,28385219						
		отн. СКО повторяемости методики, % (CV)		4,61						
		СКО промежуточной прецизионности, мг/кг		0,014						
		отн. СКО промежуточной прецизионности, %		4,92						
		гамма=СКО пром.прец./СКО повт.		1,04955471						
Прецизионность										
		Среднее значение, %		0,28385219						
		Расхождение, $C_{\text{max}}-C_{\text{min}}$		0,079615						
		Отн.расхождение, %		28,04804853						
		$S_{R,m}$ СКО		0,013588335						
		относительное СКО, % (CV, RSD)		4,787116353						
		$S_{R,L,m}(u_{R,L,m})$		0,016435059						
		$S_{R,L,m}(u_{R,L,m})$		5,790005939						
		$S_{R,L,m}$ %		0,00717973						
		$G_{\text{табл,max}}$		1,048						
		$G_{\text{табл,min}}$		1,352						
		$G_{\text{табл}}$		1,481						
		По статистикам Граббса соответствуют								

Рисунок 1. Пример проведения расчета метрологических показателей МВИ НАА КЖР с применением критериев Кохрена и Граббса

$$S_{R,L,m} \approx \sqrt{S_{R,m}^2 + \frac{S_{r,m}^2}{2}}, \quad (2)$$

где $S_{R,m}$ – среднее квадратическое отклонение результатов анализа образца для оценивания под номером m , полученных в условиях воспроизводимости (или внутрилабораторной прецизионности).

При расчете показателя внутрилабораторной прецизионности оперируют всем массивом измерений из 20 образцов. Индекс R указывает на предел воспроизводимости, $S_{r,m}$ – показатель повторяемости методики анализа, полученный по формуле (1). Значения индексов для формул 1-4: $L=4$, $m=5$.

При вычислении показателя внутрилабораторной прецизионности проводят проверку средних значений массовой доли элемента на наличие выбросов по критерию Граббса GR [11, раздел 5.2.2]. Пример приведен на рисунке 1. Табличное значение критерия Граббса получено из Таблицы И.2 РМГ 61-2010 [11, стр.51], в нашем случае для $f=4$ $GR_{\text{табл}}$ равно 1,481. Расчетные максимальное (GR_{max} , ячейка E50) и минимальное (GR_{min} , ячейка E51) значения критерия Граббса должны быть меньше табличного, расположенного в ячейке E52. Если это условие не соблюдается, то из набора массовых долей удаляют соответствующее максимальное или минимальное значение и повторно проводят проверку на наличие выбросов. При соблюдении указанного условия можно производить дальнейшие расчеты. Расчетное значение показателя внутрилабораторной прецизионности приведено в ячейке E45 (помечено красной заливкой).

Таблица 1. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для Al

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}, \%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R,L,m)}, \%$
Al	от 0.010 до 0.019 включ.	0.000674 (*)	0.000787 (*)
	от 0.020 до 0.049 включ.	0.00107 (*)	0.00125 (*)
	от 0.050 до 0.099 включ.	0.00188 (*)	0.00226 (*)
	от 0.10 до 0.19 включ.	0.00693 0.00315 (*)	0.00864 0.00397 (*)
	от 0.20 до 0.49 включ.	0.00461	0.00659
	от 0.50 до 0.99 включ.	0.0286	0.0507
	от 1.0 до 1.9 включ.	0.0452	0.0548
	от 2.0 до 4.9 включ.	0.0906	0.110
	от 5.0 до 9.9 включ.	0.118	0.143
	от 10.0 до 19.9 включ.	0.174	0.219

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Вычисления метрологических показателей расчета повторяемости и внутрилабораторной прецизионности для новой МВИ НАА проводились с использованием ПО Microsoft Excel по формулам (1) и (2) с учетом критериев статистического отбора по Граббсу и Кохрену. В качестве данных использовали массовые доли элементов в исследовательских образцах, полученные в условиях повторяемости и внутрилабораторной прецизионности.

В Таблицах 1-8 приведены полученные значения метрологических показателей повторяемости (S_{rm}) и внутрилабораторной прецизионности ($S_{R,L,m}$) новой МВИ НАА по КЖР для элементов Al, Cl, Cu, Dy, In, Mn, Ti и V (в единицах процентов массовых долей) для доверительной вероятности 95%. Звездочкой (*) помечены значения показателей, полученные по массовым долям в образцах растительности, двумя звездочками (**) – для биологических образцов. Остальные расчеты выполнены по образцам руды и почвы. Диапазоны массовых долей химических элементов, приведенные во втором столбце таблицы, указаны в соответствии с [16]. Для этих диапазонов химический элемент определен во всех 20 навесках образца, при этом критерии Кохрена и Граббса удовлетворительные. Не все диапазоны таблицы 3 (Cu) и таблицы 6 (Mn) заполнены, проводится поиск образцов для их заполнения и продолжается расчет метрологических показателей.

Таблица 2. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для Cl

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}, \%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R,L,m)}, \%$
Cl	от 0.020 до 0.049 включ.	0.00345 0.00244 (*)	0.00536 0.00302 (*)
	от 0.050 до 0.099 включ.	0.00367 (*)	0.00453 (*)
	от 0.10 до 0.19 включ.	0.0142	0.0165
	от 0.20 до 0.49 включ.	0.00491 (*)	0.00576 (*)
	от 0.50 до 0.99 включ.	0.0103 (*)	0.0134 (*)
	от 1.0 до 1.9 включ.	0.0183 (*)	0.0233 (*)
	от 2.0 до 4.9 включ.	0.0588 (*)	0.0681 (*)
	от 5.0 до 9.9 включ.	0.0818 (**)	0.103 (**)

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ ПОВТОРЯЕМОСТИ И ВНУТРИЛАБОРАТОРНОЙ ПРЕЦИЗИОННОСТИ МЕТОДИКИ НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОГО АНАЛИЗА ПО КОРОТКОЖИВУЩИМ РАДИОНУКЛИДАМ НА ВВР-К

Таблица 3. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для Си-

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}\%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R_L,m)}\%$
Cu	от 0.020 до 0.049 включ.	0.00561	0.00653
	от 0.050 до 0.099 включ.	0.00831	0.00963
	от 0.10 до 0.19 включ.	данные отсутствуют	данные отсутствуют
	от 0.20 до 0.49 включ.	0.00923	0.0107
	от 0.50 до 0.99 включ.	0.0159	0.0194
	от 1.0 до 1.9 включ.	0.0194	0.0242
	от 2.0 до 4.9 включ.	0.0282	0.0331
	от 5.0 до 9.9 включ.	0.105	0.136
	от 10.0 до 19.9 включ.	0.307	0.410
	от 20.0 до 29.9 включ.	0.335	0.619

Таблица 4. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для Dy-

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}\%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R_L,m)}\%$
Dy	от 0.00005 до 0.00019 включ.	0.00000948	0.0000194
	от 0.00020 до 0.00049 включ.	0.0000127	0.0000241
	от 0.00050 до 0.00099 включ.	0.0000550	0.0000655
	от 0.0010 до 0.0019 включ.	0.0000628	0.0000754
	от 0.0020 до 0.0049 включ.	0.000104	0.000123
	от 0.0050 до 0.0099 включ.	0.000239	0.000284

Таблица 5. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для In-

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}\%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R_L,m)}\%$
In	от 0.0000050 до 0.0000099 включ.	0.00000129	0.00000163
	от 0.00010 до 0.00019 включ.	0.00000284	0.00000326
	от 0.00020 до 0.00049 включ.	0.00000415	0.00000482
	от 0.00050 до 0.00099 включ.	0.00000797	0.00000970
	от 0.0010 до 0.0019 включ.	0.00000915	0.0000112
	от 0.0020 до 0.0049 включ.	0.0000135	0.0000163
	от 0.0050 до 0.0099 включ.	0.0000107	0.0000131
	от 0.010 до 0.0019 включ.	0.0000217	0.0000263
	от 0.0020 до 0.0049 включ.	0.0000370	0.0000495

Таблица 6. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для Mn-

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}\%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R_L,m)}\%$
Mn	от 0.00050 до 0.00099 включ.	0.000054 (**)	0.0000631 (**)
	от 0.0010 до 0.0019 включ.	данные отсутствуют	данные отсутствуют
	от 0.0020 до 0.0049 включ.	0.000113 (*)	0.000131 (*)
	от 0.0050 до 0.0099 включ.	0.000225 0.000180(*)	0.000266 0.000211 (*)
	от 0.010 до 0.019 включ.	0.000457 0.000328(*)	0.000535 0.000429 (*)
	от 0.020 до 0.049 включ.	0.000741	0.000930
	от 0.050 до 0.099 включ.	0.00106	0.00123
	от 0.10 до 0.19 включ.	0.00206	0.00341
	от 0.20 до 0.49 включ.	0.0115	0.0146
	от 0.50 до 0.99 включ.	0.0132	0.0173
	от 1.0 до 1.9 включ.	0.0216	0.0324
	от 2.0 до 4.9 включ.	0.0445	0.0524

Таблица 7. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для Ti-

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}\%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R_L,m)}\%$
Ti	от 0.020 до 0.049 включ.	0.0120	0.0140
	от 0.050 до 0.099 включ.	0.0215	0.0266
	от 0.10 до 0.19 включ.	0.0130	0.0156
	от 0.20 до 0.49 включ.	0.0115	0.0134
	от 0.50 до 0.99 включ.	0.0232	0.0274 (018) 0.0329 (017)
	от 1.0 до 1.9 включ.	0.0276	0.0366

Таблица 8. Значения метрологических показателей МВИ НАА по КЖР для V-

Определяемый элемент	Диапазон массовой доли химического элемента, %	Показатель повторяемости $S_{(r,m)}\%$	Показатель внутрилабораторной прецизионности, $S_{(R_L,m)}\%$
V	от 0.00005 до 0.00019 включ.	0.0000164 (*)	0.0000193 (*)
	от 0.00020 до 0.00049 включ.	0.0000473 (*)	0.0000550 (*)
	от 0.00050 до 0.00099 включ.	0.0000638	0.0000793
	от 0.0010 до 0.0019 включ.	0.000127	0.000148
	от 0.0020 до 0.0049 включ.	0.000130	0.000180
	от 0.0050 до 0.0099 включ.	0.000206 (**)	0.000375 (**)
	от 0.010 до 0.019 включ.	0.000351	0.000411
	от 0.020 до 0.049 включ.	0.000379	0.000504

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для методики выполнения измерений НАА по короткоживущим радионуклидам проведены исследования по 20 параллельным навескам образцов различного типа и рассчитаны показатели внутрилабораторной прецизионности, повторяемости для элементов Al, Cl, Cu, Dy, In, Mn, Ti и V. Условия для набора экспериментальных данных и алгоритмы расчета метрологических показателей определялись согласно требованиям действующей нормативной базы Государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Для проверки гипотезы о равенстве генеральных дисперсий и средних значений на наличие выбросов применены статистические критерии Граббса и Кохрена. В результате анализа полученных численных значений метрологических показателей определены нижние и верхние границы содержаний элементов, доступных к определению методом НАА по КЖР: алюминий от 0.01 % до 20 %; хлор от 0.02 % до 10 %; медь от 0.02 % до 30 %; диспрозий от 0.5 мкг/г до 100 мкг/г, индий 0.05 мкг/г до 50 мкг/г; марганец – от 5 мкг/г до 5%, титан – от 0.02% до 2%, ванадий – от 0.5 мкг/г до 500 мкг/г. Нижнее значение заполненного диапазона соответствует пределу обнаружения элемента данным аналитическим методом. Верхняя граница диапазонов может быть ограничена не возможностями метода НАА по КЖР, а тем набором образцов, которые оказались доступными для исследователей.

В настоящее время продолжается работа по подготовке к аттестации, связанная с набором экспериментальной информации по НАА стандартных образцов и расчет метрологических показателей точности и правильности. Полученные значения метрологических показателей будут включены в сопроводительную документацию – технический отчет по разработке МВИ ИНАА КЖР. Аттестация МВИ и ее регистрация в ГСИ РК планируется в 2027 г.

Данная работа выполнена в рамках бюджетного финансирования Министерства Энергетики Республики Казахстан «Развитие ядерно-физических методов и технологий для инновационной модернизации экономики Казахстана» ИРН: BR23891691.

ЛИТЕРАТУРА

1. Reactor Database (RRDB). // IAEA. – <https://nucleus.iaea.org/RRDB/RR/ReactorSearch.aspx>
2. Use of Research Reactors for Neutron Activation Analysis // IAEA-TECDOC-1215. - 2001. - 98 p.
3. Bode P (2017) Neutron activation analysis (NAA) https://doi.org/10.1007/978-3-319-33163-8_10. In: Kardjilov N, Festa G (eds) Neutron methods for archaeology and cultural heritage. Springer, Cham
4. O. S. Philippova, A. B. Grebenshchikova, A. Yu. Dmitriev & S. G. Lennik Systematic study of wall painting of the twelfth century from the Christ's Transfiguration Cathedral of the Mirozhsky Monastery in Pskov (Russia) by complementary physico-chemical methods // Heritage Science – 2023. – V.11, No: 117 <https://doi.org/10.1186/s40494-023-00955-y>
5. I. Silachyov. Interrelation of EDXRF and comparator INAA to analyze REE mineral resources // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry – 2024 Volume 333, Issue 4. <https://doi.org/10.1007/s10967-024-09473-y>.
6. Wael Badawy, Igor Silachyov, Andrey Dmitriev, Svetlana Lennik, Gehad Saleh, Mohamed Mitwalli, Ali El-Farrash, Mohammed Sallah. Elemental distribution patterns in rock samples from Egypt using neutron activation and complementary X-ray fluorescence analyses // Applied Radiation and Isotopes – 2023. 202. 111063 <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2023.111063>
7. A.K. Bekbayev, K.M. Nazarov, A.A. Shaimerdenov, S.G. Lennik, B. Mukhametuly, M.R. Kenessarin, R. Nurullin, Sh.Kh. Gizatulin, P.P. Silnyagin, B.M. Nurgozhayev, I.Yu. Silachyov. Experimental facilities of the WWR-K Reactor // Advances in Nuclear Science and Applications. - Volume 1, No. 1 (2025), P. 50-63 <https://doi.org/10.63907/ansa.v1i1.22>
8. S. S.Ismail. A New Automated Sample Transfer System for Instrumental Neutron Activation Analysis. Journal of Automated Methods and Management in Chemistry. -2010.- Vol. 2010.- P.8 <https://doi.org/10.1155/2010/389374>
9. С.Г. Ленник, К.А. Бедельбекова, Е.К. Соколенко, Т.В. Суздальцева. Использование полиэтиленовых расходных материалов при проведении нейтронно-активационного анализа по короткоживущим радионуклидам // Chemical Bulletin of Kazakh National University/ Analytical chemistry. - 2023.- Vol. 108.- No.1.- P.4-11. <https://doi.org/10.15328/cb1318>
10. А.Ю. Дмитриев, С.С. Павлов. Автоматизация количественного определения содержания элементов в образцах методом нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР 2 в ЛНФ ОИЯИ. Письма в ЭЧАЯ. 2013. Т 10, №1(178). С. 58-64.
11. РМГ 61-2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки.
12. СТ РК 2.18-2019 РМГ 43-2001. Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения.
13. ГОСТ 8.010-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения.
14. РМГ 76-2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
15. EURACHEM, "Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes," Third Edition, 2021
16. ОСТ 41-08-212-04 Управление качеством аналитических работ. Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов

ССР-Қ РЕАКТОРЫНДА ҚЫСҚА ӨМІР СҮРЕТІН РАДИОНУКЛИДТЕР БОЙЫНША
НЕЙТРОНДЫ БЕЛСЕНДІРУ ТАЛДАУЫ ӘДІСТЕМЕСІНІҢ ҚАЙТАЛАНҒЫШТЫҚ ЖӘНЕ
ЗЕРТХАНАШІЛІК ДӘЛДІК МЕТРОЛОГИЯЛЫҚ КӨРСЕТКІШТЕРІ

С. Г. Ленник^{1*}, К. А. Бедельбекова¹, И. Ю. Силачев¹, Е. К. Соколенко¹,
Т. В. Суздальцева¹, Д. В. Мирхаджи¹, С. К. Ыдырышева^{1,2}

¹ Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

² Satbayev University, Алматы, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: lennik_s@inp.kz

Қазіргі уақытта қысқа мерзімді радионуклидтер бойынша нейтронды белсендіру талдауы (НБТ) әдісі үшін жаңа сертифицирталған аналитикалық әдістеме (САӨ) әзірлену үстінде. Сынамаларды белсендіру ядролық физика институтындағы (Алматы қ.) ССР-Қ ядролық зерттеу реакторының арнайы көлденең арнасына біріктірілген пневматикалық көлік жүйесінің (кіріктірілген мамандандырылған спектрометриялық кешені бар) көмегімен жүзеге асырылады. Эксперименттік деректерді жинау шарттары және метрологиялық көрсеткіштерді есептеу алгоритмдері қолданыстағы нормативтік базаның және Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесінің талаптарына сәйкес айқындалды. Al, Cl, cu, Dy, In, Mn, Ti, v элементтерінің кең ауқымы үшін САӨ қайталану көрсеткіштері мен зертханаішілік дәлдік есептеулері орындалды.

Алынған нәтижелер аттестаттауға дайындауға және осы САӨ ҚР өлшем құралдарының мемлекеттік тізіліміне енгізуге арналған. Қазіргі уақытта ҚР-да да, посткеңестік кеңістікте де баламасы жоқ әдістеме қатты ұнтақ сынамаларын зерттеу үшін нақты бірегей эксперименттік жабдықта пайдалануға арналған.

Түйін сөздер: нейтронды белсендіру талдау, пневматикалық тасымалдау жүйесі, қысқа мерзімді радионуклидтер, массалық үлестер, элементтер, метрологиялық көрсеткіштер, өлшеулерді орындау әдістемесі.

METROLOGICAL CHARACTERISTICS OF REPEATABILITY AND LABORATORY
PRECISION OF THE NEUTRON-ACTIVATION ANALYSIS TECHNIQUE
FOR SHORT-LIVED RADIONUCLIDES ON WWR-K

S. G. Lennik^{1*}, K. A. Bedelbekova¹, I. Yu. Silachyov¹, E. K. Sokolenko¹,
T. V. Suzdaltseva¹, D. V. Mirkhaji¹, S. K. Ydyrysheva^{1,2}

¹ Institute of Nuclear Physics of the Agency of the Republic of Kazakhstan for Atomic Energy, Almaty, Republic of Kazakhstan

² Satbayev University, Satbayev Str., 22a, 050026, Almaty, Republic of Kazakhstan

* E-mail for contacts: lennik_s@inp.kz

A new certified analytical technique (CAT) for neutron activation analysis (NAA) by short-lived radionuclides is being developed. Sample activation is performed using a pneumatic transport system (with a built-in specialized spectrometric complex) integrated into a dedicated horizontal channel of the WWR-K research nuclear reactor in the Institute of Nuclear Physics (Almaty city).

The conditions for collecting experimental data and the algorithms for calculating metrological characteristics were determined in accordance with the requirements of the current regulatory framework and the State System for Ensuring the Uniformity of Measurements of the Republic of Kazakhstan. Calculations of the repeatability and laboratory precision indicators of the CAT were performed for a wide range of concentrations of the elements Al, Cl, Cu, Dy, In, Mn, Ti, and V. The results obtained are intended for preparation for the certification and inclusion of this CAT in the State Register of Measuring Instruments of the Republic of Kazakhstan. The methodology, which currently has no analogues either in the Republic of Kazakhstan or in the post-Soviet space, is intended for use on specific, unique experimental equipment for the study of solid powder samples.

Keywords: neutron activation analysis, pneumatic transport system, short-lived radionuclides, mass fractions, elements, metrological characteristics, certified analytical technique.