

ZKUŠENOSTI S  
OVĚŘOVÁNÍM  
STANOVENÝCH MĚŘIDEL  
 $^{226}\text{Ra}$  VE VODĚ

RNDr. Tomáš Soukup

*Český metrologický institut - Inspektorát pro ionizující  
záření, Radiová 1, 102 00 Praha 10  
tsoukup@cmi.cz*

Já rád vodu, i v přírodě....



# Legislativní základ:

- Proč se ověřují měřidla radioaktivity ve vodě?

# Fukušima:



# Stanovená měřidla: zákon 505/1990 Sb.

- § 3, Měřidla
- (3) Stanovená měřidla jsou měřidla, která Ministerstvo průmyslu a obchodu (dále jen „ministerstvo“) stanoví vyhláškou k povinnému ověřování s ohledem na jejich význam
- v závazkových vztazích, například při prodeji, nájmu nebo darování věci, při poskytování služeb nebo při určení výše náhrady škody, popř. jiné majetkové újmy,
- pro stanovení sankcí, poplatků, tarifů a daní,
- pro ochranu zdraví,
- pro ochranu životního prostředí,
- pro bezpečnost při práci, nebo
- při ochraně jiných veřejných zájmů chráněných zvláštními právními předpisy

# Stanovená měřidla: zákon 505/1990 Sb.

- § 3, Měřidla
- (3) Stanovená měřidla jsou měřidla, která Ministerstvo průmyslu a obchodu (dále jen „ministerstvo“) stanoví vyhláškou k povinnému ověřování s ohledem na jejich význam
- v závazkových vztazích, například při prodeji, nájmu nebo darování věci, při poskytování služeb nebo při určení výše náhrady škody, popř. jiné majetkové újmy,
- **pro stanovení sankcí, poplatků, tarifů a daní,**
- **pro ochranu zdraví,**
- **pro ochranu životního prostředí,**
- **pro bezpečnost při práci,** nebo
- při ochraně jiných veřejných zájmů chráněných zvláštními právními předpisy

**V Y H L Á Š K A****Ministerstva průmyslu a obchodu**

ze dne 14. července 2000,

**kterou se zajišťuje jednotnost a správnost měřidel a měření**

- **§ 5**
- **Postup při ověřování**
- (K § 9 odst. 2 zákona)
- Místem pro uplatnění požadavku na ověření stanoveného měřidla je buď územně příslušné pracoviště Institutu, nebo autorizované metrologické středisko, které je pro požadovaný výkon autorizováno. Požadavky na ověření pro následující rok je třeba uplatnit do 31. prosince roku předcházejícího, výjimečně do 60 dnů před uplynutím doby platnosti ověření. Požadavek na ověření nového nebo opraveného stanoveného měřidla se uplatňuje po jeho dodání a instalaci nebo po provedené opravě. Při zániku platnosti ověření podle § 7 odst. 2 písm. b) až e) se požadavek na ověření uplatňuje po zániku platnosti, případně po provedené opravě.

## V Y H L Á Š K A

## Ministerstva průmyslu a obchodu

ze dne 14. července 2000,

kterou se zajišťuje jednotnost a správnost měřidel a měření

- § 5
- Postup při ověřování
- (K § 9 odst. 2 zákona)
- Místem pro uplatnění požadavku na ověření stanoveného měřidla je buď územně příslušné pracoviště Institutu, nebo autorizované metrologické středisko, které je pro požadovaný výkon autorizováno. **Požadavky na ověření pro následující rok je třeba uplatnit do 31. prosince roku předcházejícího, výjimečně do 60 dnů před uplynutím doby platnosti ověření.** Požadavek na ověření nového nebo opraveného stanoveného měřidla se uplatňuje po jeho dodání a instalaci nebo po provedené opravě. Při zániku platnosti ověření podle § 7 odst. 2 písm. b) až e) se požadavek na ověření uplatňuje po zániku platnosti, případně po provedené opravě.



**V Y H L Á Š K A****Ministerstva průmyslu a obchodu**

ze dne 14. července 2000,

**kterou se zajišťuje jednotnost a správnost měřidel a měření**

- **§ 5**
- **Postup při ověřování**
- (K § 9 odst. 2 zákona)
- Místem pro uplatnění požadavku na ověření stanoveného měřidla je buď územně příslušné pracoviště Institutu, nebo autorizované metrologické středisko, které je pro požadovaný výkon autorizováno. Požadavky na ověření pro následující rok je třeba uplatnit do 31. prosince roku předcházejícího, výjimečně do 60 dnů před uplynutím doby platnosti ověření. **Požadavek na ověření nového nebo opraveného stanoveného měřidla se uplatňuje po jeho dodání a instalaci nebo po provedené opravě.** Při zániku platnosti ověření podle § 7 odst. 2 písm. b) až e) se požadavek na ověření uplatňuje po zániku platnosti, případně po provedené opravě.

- **Zařazení stanoveného měřidla: výpusti do povrchových vod (úpravny, doly) a ochrana zdraví (dodávaná pitná voda, jakost povrchových vod).**
- **Vyhláška 307/2000 Sb.**

**Tabulka č. 5**

**Mezní hodnoty objemových aktivit, při jejichž překročení se nesmí voda dodávat**

V tabulce uvedené mezní hodnoty nezohledňují chemickou toxicitu uranu, která se posuzuje zvlášť.

Radionuklid	Mezní hodnoty objemové aktivity [Bq/l]		
	balená kojenecká voda*)	pitná voda pro veřejné zásobování, balená pramenitá voda, balená pitná voda*)	balená přírodní minerální voda*)
Pb-210	0,2	0,7	1,4
Po-210	0,1	0,4	0,8
Rn-222	100	300	600
Ra-224	0,7	6	12
Ra-226	0,4	1,5	3
Ra-228	0,1	0,5	1
Th-228	0,5	6	12
Th-230	0,4	3	6
Th-232	0,4	3	6
U-234	5	12	24
U-238	5	12	24

\*) Vyhláška č. 275/2004 Sb., o požadavcích na jakost a zdravotní nezávadnost balených vod a způsobu jejich úpravy.

- **Vyhláška 307/2000 Sb.**

**Tabulka č. 6**

**Rozsah rozborů obsahu přírodních radionuklidů v dodávané vodě**

Druh dodávané vody	Pitná voda pro veřejné zásobování	Balená kojenecká voda	Balená voda jiná než kojenecká
Základní rozbor	objemová aktivita Rn-222, pokud se jedná o vodu z podzemního zdroje celková objemová aktivita alfa*) celková objemová aktivita beta**)		
Doplňující rozbor	analýza zastoupení jednotlivých přírodních radionuklidů ve vodě, v níž bylo zjištěno překročení směrné hodnoty, podle následujícího postupu obsah uranu, pokud celková objemová aktivita alfa převyší směrnou hodnotu objemová aktivita Ra-226, pokud celková objemová aktivita alfa po odečtení příspěvku uranu převyší směrnou hodnotu objemová aktivita Ra-228, pokud objemová aktivita Ra-226 převyší směrnou hodnotu celkové aktivity alfa stanovení dalších v tabulce č. 5 uvedených radionuklidů emitujících záření alfa, pokud celková objemová aktivita alfa po odečtení příspěvku Ra-226 a uranu převyší směrnou hodnotu obsah draslíku, pokud celková objemová aktivita beta převyší směrnou hodnotu stanovení dalších v tabulce č. 5 uvedených radionuklidů emitujících záření beta, pokud celková objemová aktivita beta po odečtení příspěvku K-40 převyší směrnou hodnotu		
četnost sledování	jednou za rok	jednou za rok	jednou za rok

\*) ČSN 75 7611 Jakost vod. Stanovení radionuklidů. Celková objemová aktivita alfa.

\*\*\*) ČSN 75 7612 Jakost vod. Stanovení radionuklidů. Celková objemová aktivita beta.“.

- **Nařízení vlády č. 61/2003:**

„Příloha č. 3 k nařízení vlády č. 61/2003 Sb.

**Imisní standardy ukazatelů přípustného znečištění povrchových vod**

**Tabulka 1: Imisní standardy:** ukazatele a hodnoty přípustného znečištění povrchových vod

Ukazatele radioaktivity							
123. Celková objemová aktivita alfa	$C_{\alpha}$	Bq/l					0,3 <sup>ix</sup>
124. Celková objemová aktivita beta	$C_{\beta}$	Bq/l					1 <sup>ix</sup>
125. Celková objemová aktivita beta opravená na <sup>40</sup> K	$C_{\beta-^{40}\text{K}}$	Bq/l					0,5 <sup>ix</sup>
126. Radium	<sup>226</sup> Ra	Bq/l					0,3 <sup>ix</sup>
127. Tritium	<sup>3</sup> H	Bq/l					3 500
128. Stroncium	<sup>90</sup> Sr	Bq/l					1
129. Cesium	<sup>137</sup> Cs	Bq/l					0,5

# METODY

- Alfa spektrometrie
- Kapalné scintilátory
- Pevné scintilátory
- Ionizační komory
- Chemické postupy

# METODY

- Metoda s radiochemickou přípravou vzorku (spolusrážení s  $\text{BaSO}_4$ ) a stanovení odezvy převážně alfa záření ve směsi se scintilátorem  $\text{ZnS}(\text{Ag})$ : Uranové doly, oborová norma PNU 830501

# METODY

- Nevýhody: vliv matrice (při vysoké salinitě), nutná tenká vrstva, chemické zpracování, spotřeba scintilátoru

# METODY

- Metody přes dceřiný radon: ČSN 75 7622,  
ČSN 75 7623



# METODY

- Nevýhody:
- Dlouhá příprava
- Neuchopitelný inertní plyn
- Nízká citlivost nebo potřeba chemických úprav

# METODY

- Ověřování:
- Příprava zkušebního vzorku
- Referenční materiál
- Různé matrice (salinita)
- Standardní přídavek
- Metodika ČMI-IIZ:

	<b>ČESKÝ METEOROLOGICKÝ INSTITUT – Inspektorát pro ionizující záření</b> Radiová 1 102 00 Praha 10	Identifikační číslo dokumentu  <b>9001-MP-C005-06</b>	Počet stránek: 0 Počet listů: 1 / 1
---	--	---	--

Název dokumentu:

**Metrologické zkušební měřidel aktivity v roztočích metodou standardního přídatku**

Detailové údaje (název, obsah) dokumentu:

Proměření požadavků mezinárodních norem do systému jakosti ČMI  
**Část základního dokumentu systému jakosti ČMI**

Stupeň dokumentu (kategorie): 3. úroveň

Název dokumentu:

**PJ ČMI**

Dokument je určen:

**v rámci prověrky PJ vnitřním kontrolním systémem pověřený zaměstnanec**

Dokument je sestavený pro zaměstnance útvaru:

**zaměstnanec ČMI-IZ**

Poznámky:

dokument je řízen útvarem 9011

**Upozornění:** Pořízení kopie dokumentu, poskytnutí dokumentu dalším osobám nevedoucími v roztočích není bez souhlasu zaměstnance, který dokument schválil do roztoče.

Číslo listů:

90111; 911; 931; 951;

rozdělována je pouze elektronická forma

Název dokumentu: 9001-MP-C005-05 vzhledem k: 1.3.2004

Datum schválení: 20.2.2004 Datum vydání: 20.2.2004 Datum vzhledem k: 1.3.2004

Schválil - funkce:  ENDr. Tomáš Šoubrp  905133	Převěřil - funkce:  ENDr. Pavel Dyrák C%  90111	Schválila vydání - funkce, podpis:  ENDr. Pavel Dyrák C% roditelIE  90111
--	---	--

Radiová 1, 102 00 Praha 10

# CERTIFIKÁT

Certifikát č. : 9031 - OL - 772/10

Typ: EB 10

Výrobní č.: 081210-221164

Radionuklid: Ra-226

Poločas: 584300 dnů

Koncentrace Ra-226 : 0,1030 ng / g

Hmotnost Ra-226 : 0,09832 ng

Hmotnost roztoku: 0,9546 g

Radioaktivní nečistoty: -

Referenční datum: 8.12.2010

Kombinovaná standardní nejistota: 0,7 %

- **Aplikace: laboratoře uranových dolů, vodní toky, dodavatelé pitné vody, laboratoře zřízené státními dozornými orgány, komerční laboratoře**

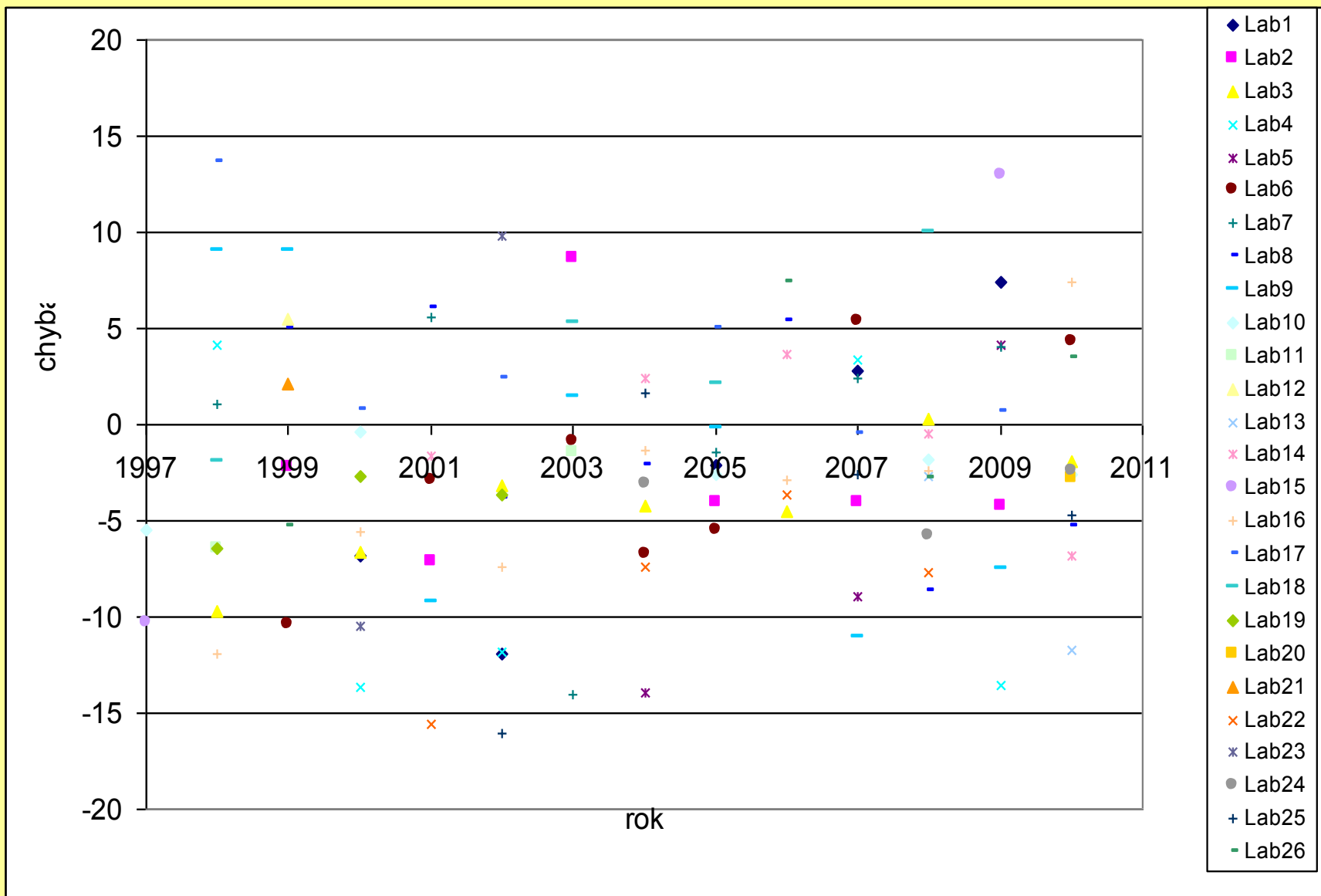
**Historie: data od roku 1997 (starší na CD nečitelná,  
varování pro ukládání dat!)**

**Výsledky z 26 laboratoří**

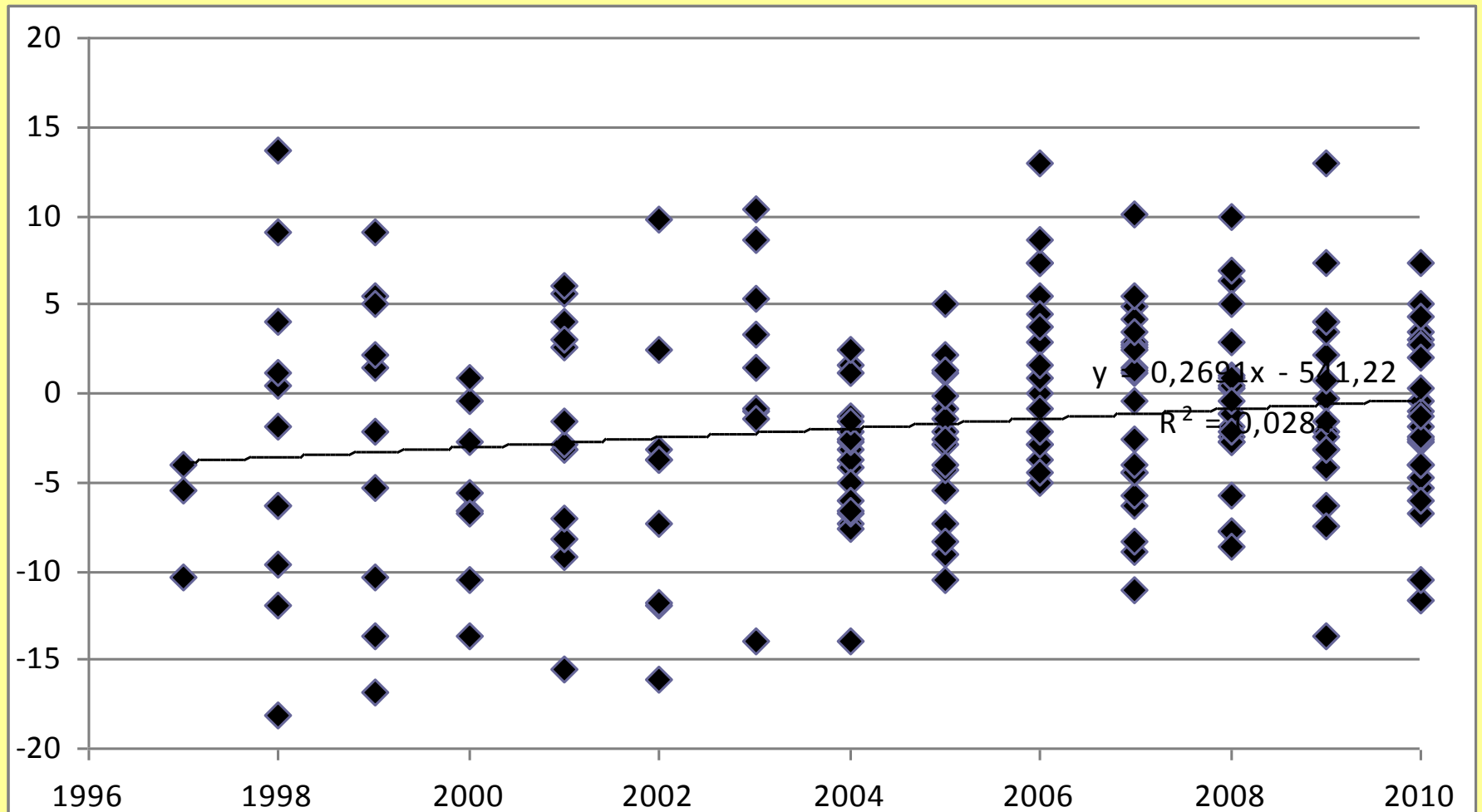
**Celkem 203 hodnot různé kvality (výsledky z jednotlivých  
komor – průměry)**

**Rozhodovací kritérium: odchylka od referenční hodnoty  
(chyba) je menší než 17,1 %**

**Hledání vlastností distribuce**

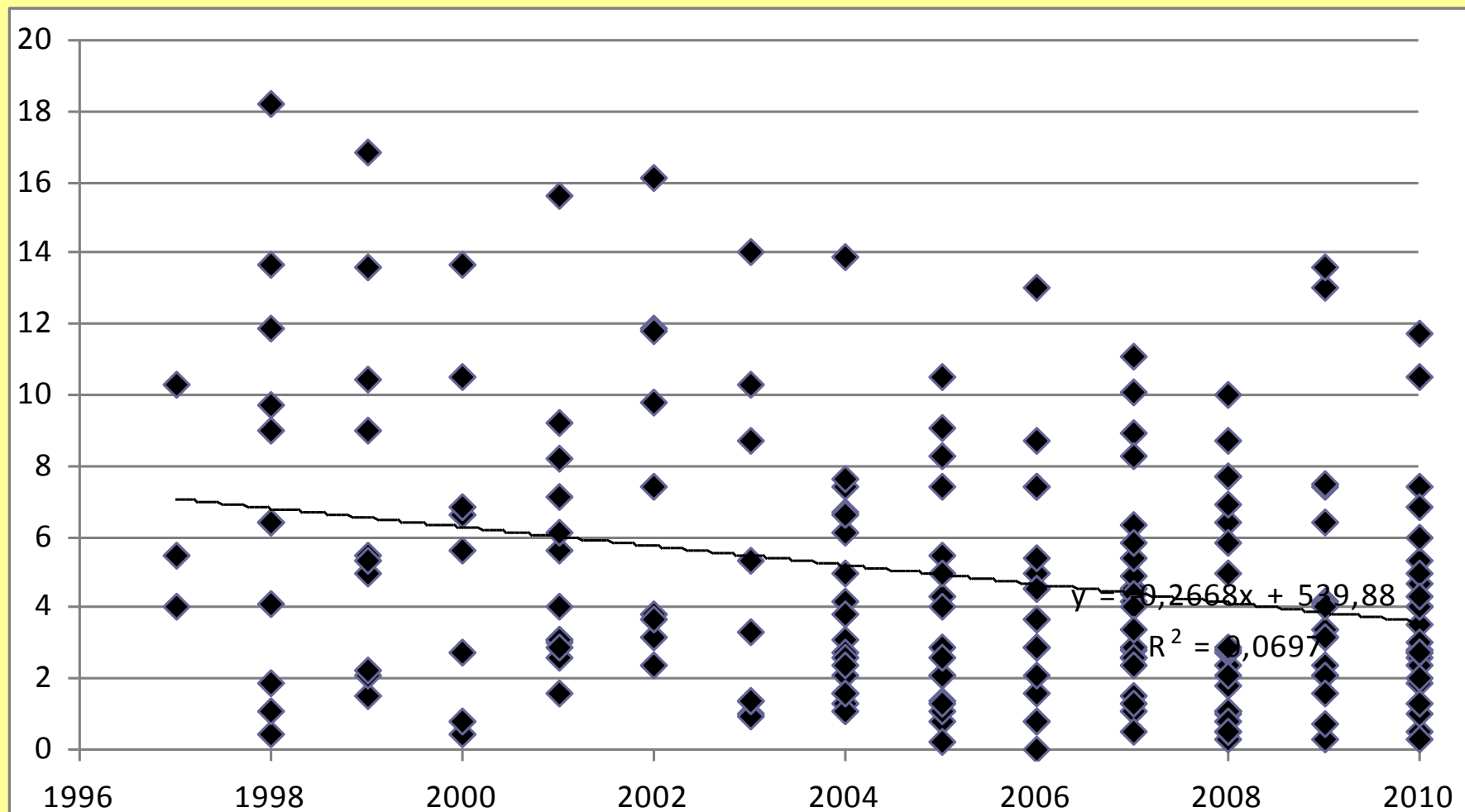


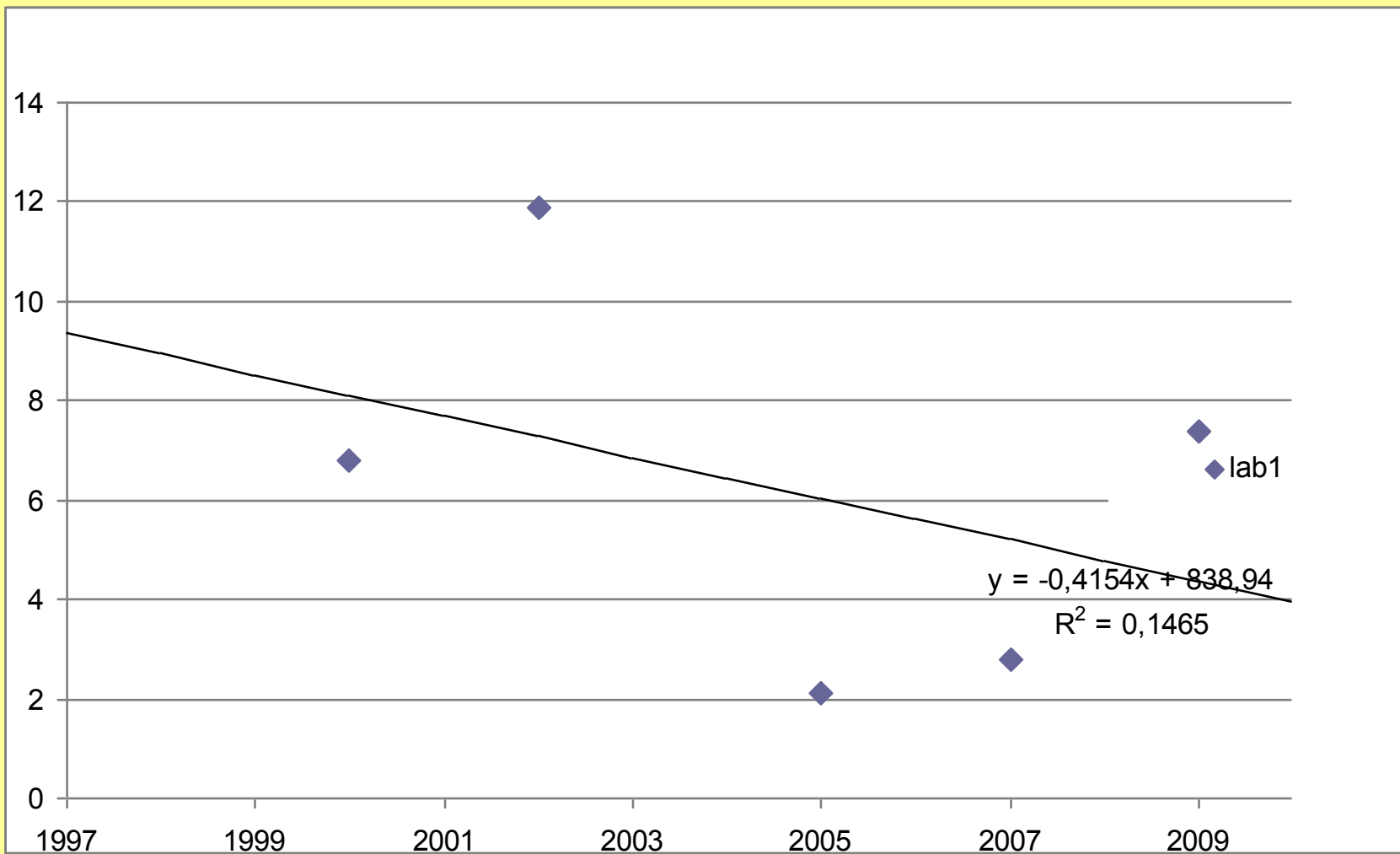
# Časová změna chyby

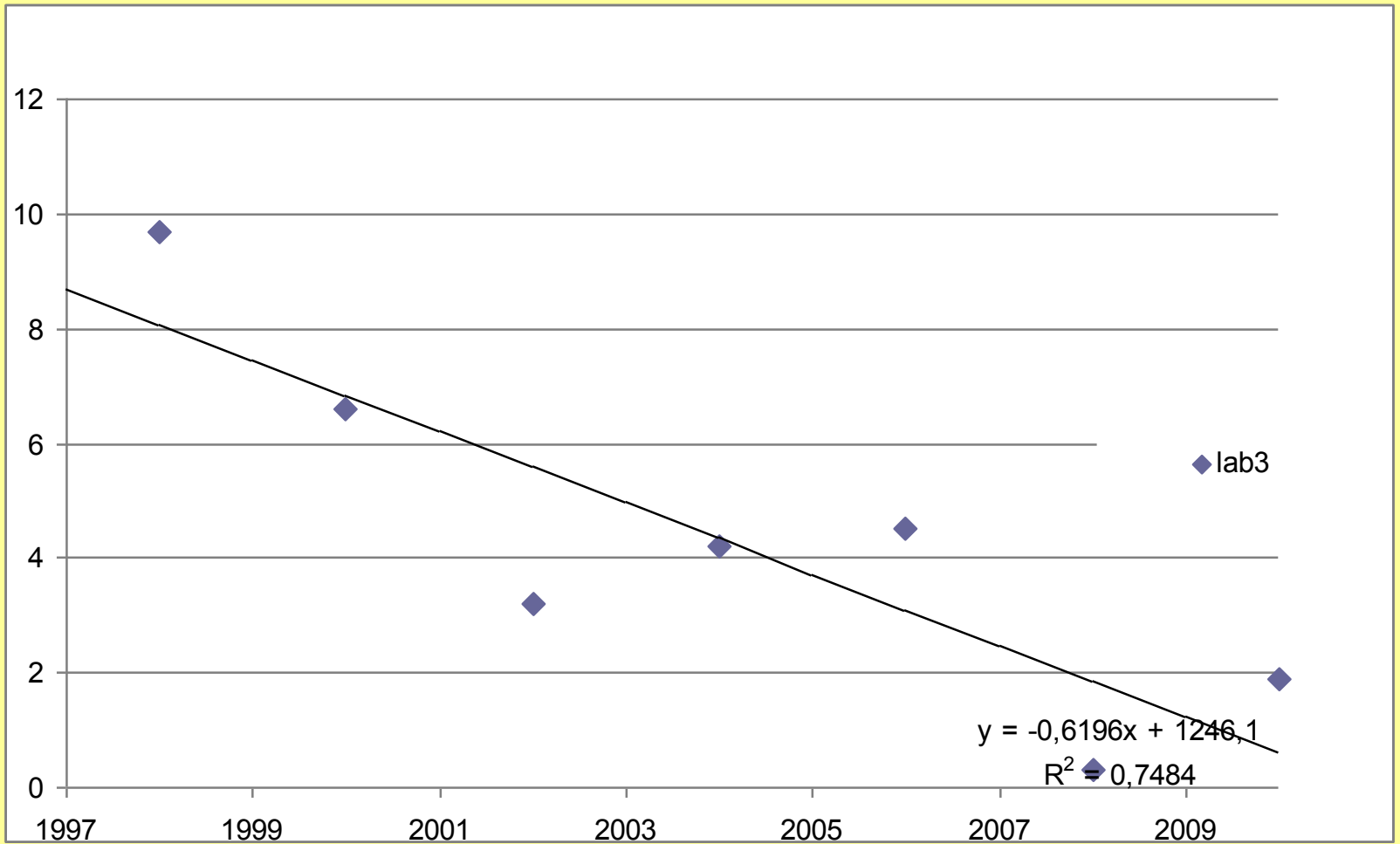


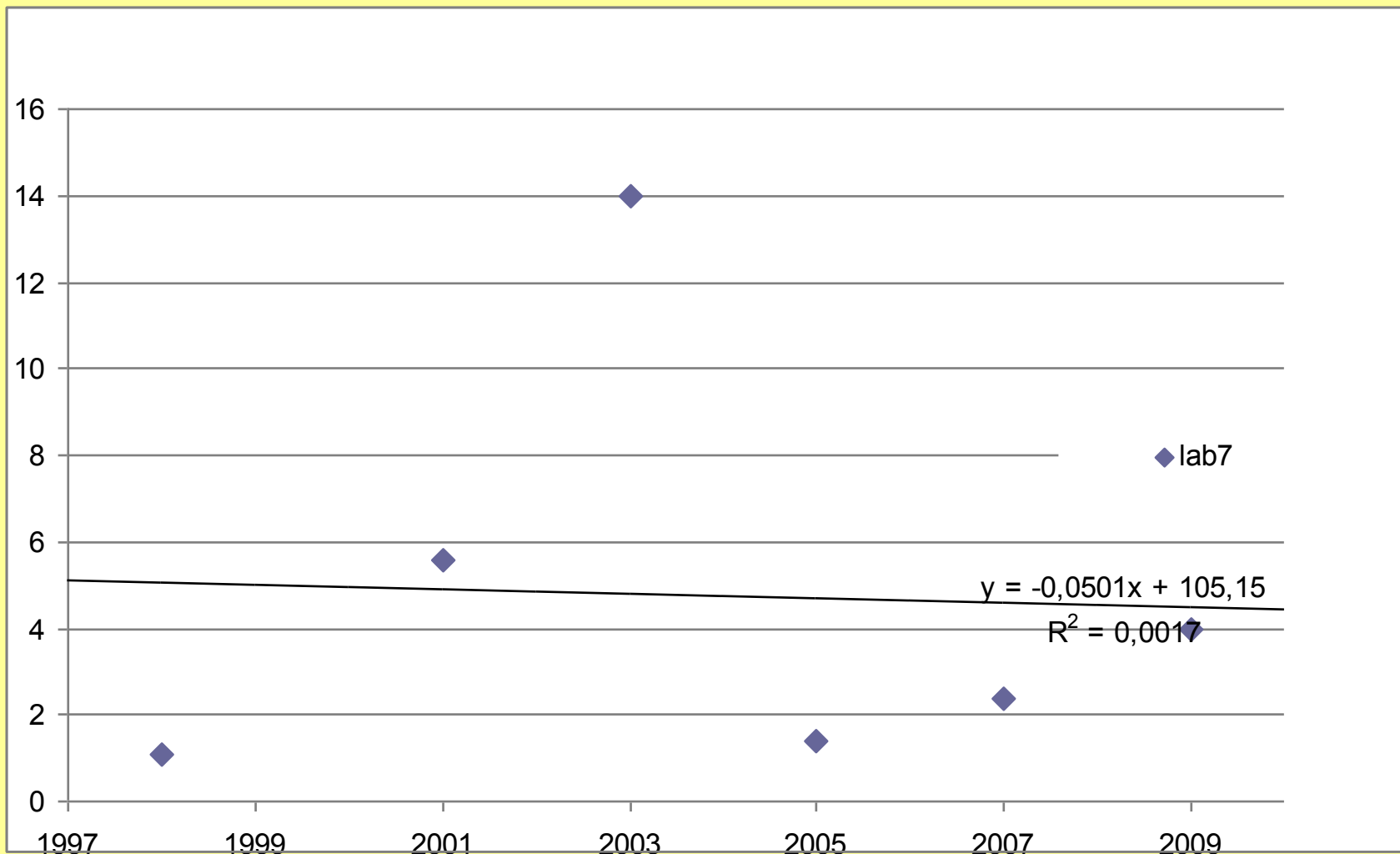


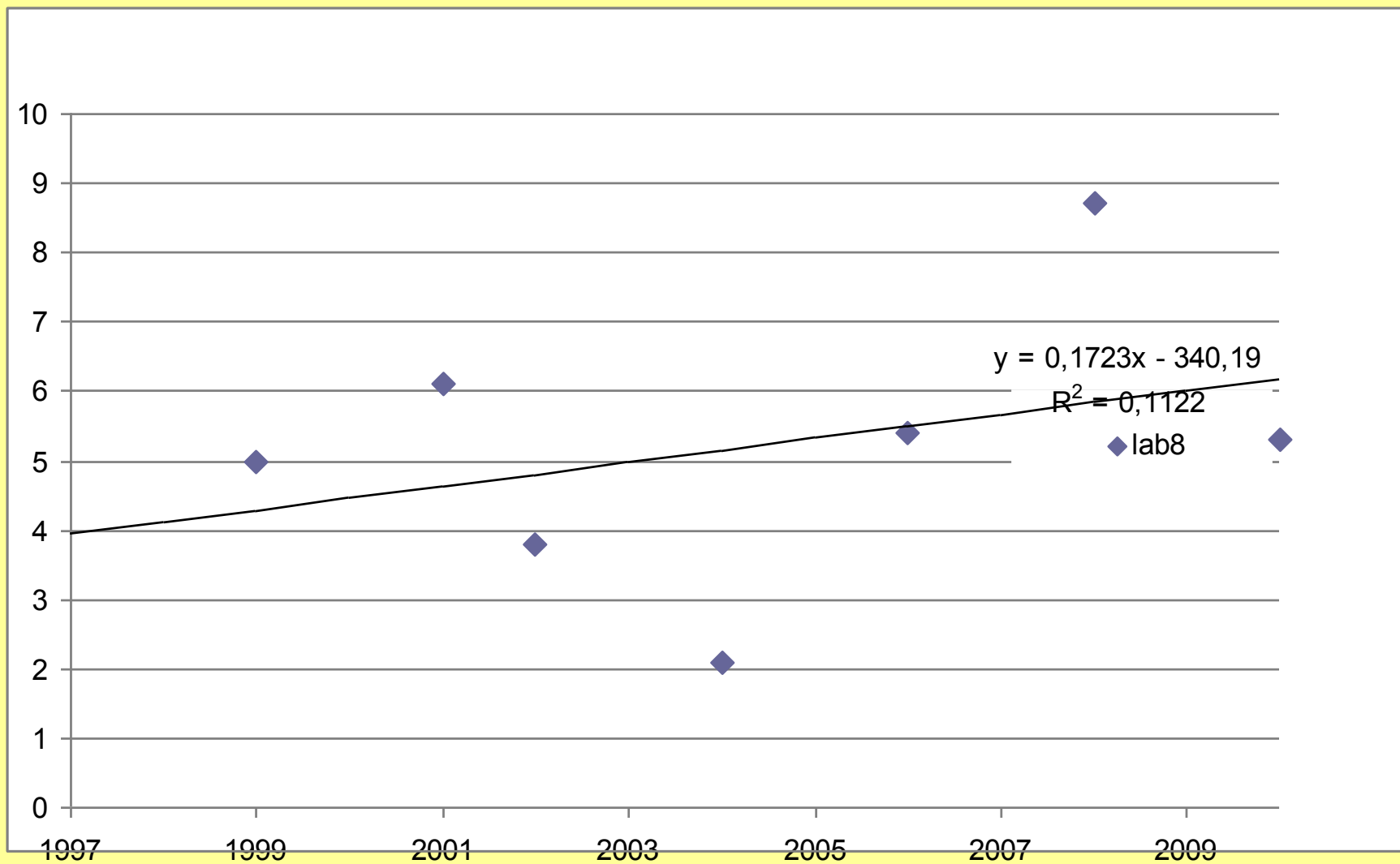
# Absolutní hodnota chyby

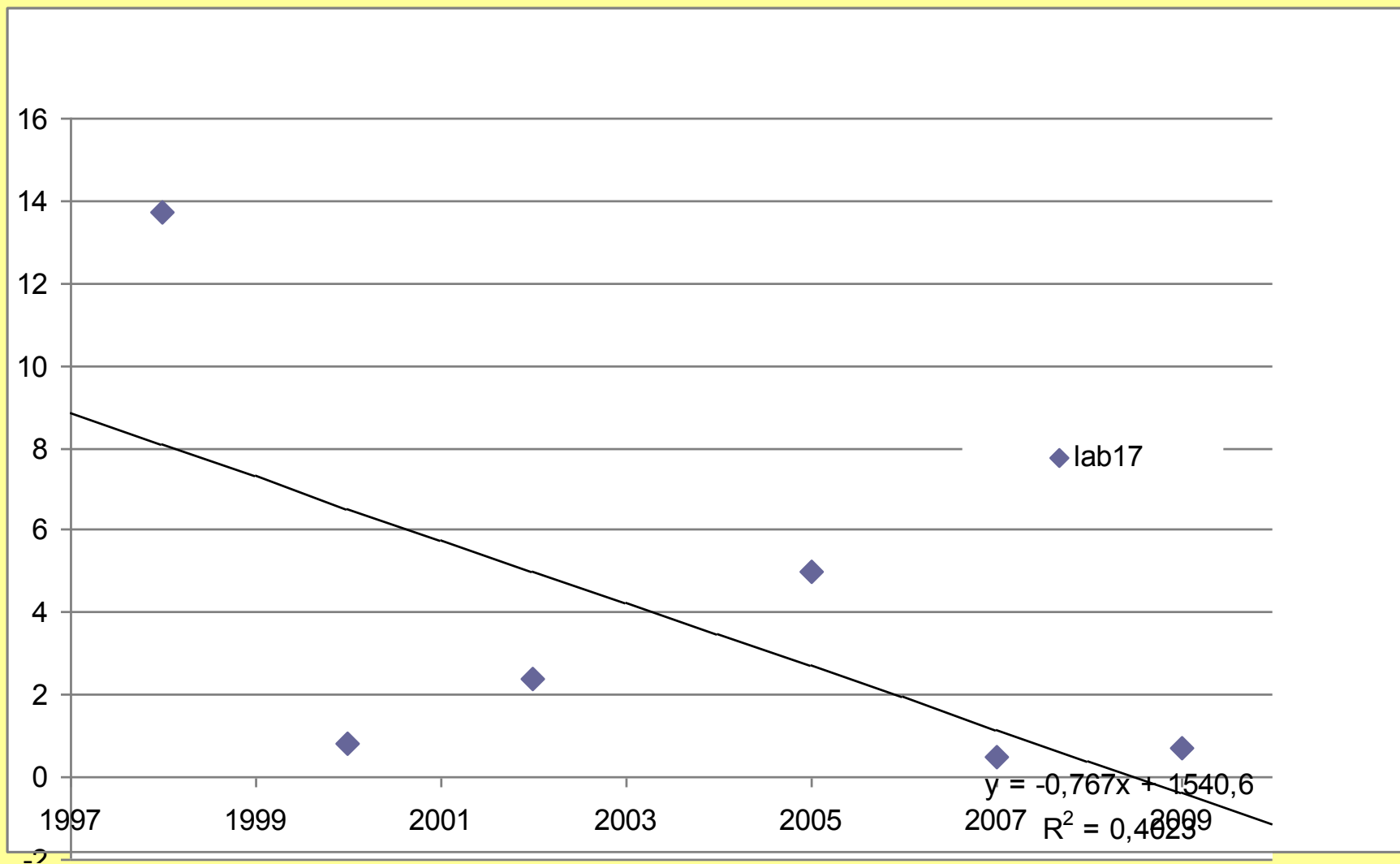












- **Rozdělení podle způsobu měření:**

	<b>chyby</b>		<b>abs. chyby</b>	
<b>celek</b>	<b>počet:</b>	<b>204</b>	<b>počet:</b>	<b>204</b>
	<b>průměr</b>	<b>-1,59</b>	<b>průměr</b>	<b>4,90</b>
	<b>nejistota</b>	<b>0,49</b>	<b>nejistota</b>	<b>0,35</b>
	<b>rozptyl</b>	<b>6,99</b>	<b>rozptyl</b>	<b>4,92</b>
	<b>medián</b>	<b>-2,0</b>	<b>medián</b>	<b>4,0</b>
<b>ZnS:</b>	<b>počet:</b>	<b>56</b>	<b>počet:</b>	<b>56</b>
	<b>průměr</b>	<b>-1,59</b>	<b>průměr</b>	<b>6,68</b>
	<b>nejistota</b>	<b>1,19</b>	<b>nejistota</b>	<b>0,80</b>
	<b>rozptyl</b>	<b>8,81</b>	<b>rozptyl</b>	<b>5,95</b>
	<b>medián</b>	<b>-3,05</b>	<b>medián</b>	<b>5,0</b>
<b>Lucas:</b>	<b>počet:</b>	<b>144</b>	<b>počet:</b>	<b>144</b>
	<b>průměr</b>	<b>-1,63</b>	<b>průměr</b>	<b>4,71</b>
	<b>nejistota</b>	<b>0,52</b>	<b>nejistota</b>	<b>0,36</b>
	<b>rozptyl</b>	<b>6,20</b>	<b>rozptyl</b>	<b>4,35</b>
	<b>medián</b>	<b>-1,35</b>	<b>medián</b>	<b>3,35</b>
	<b>korel.k.</b>	<b>0,13</b>		<b>-0,16</b>

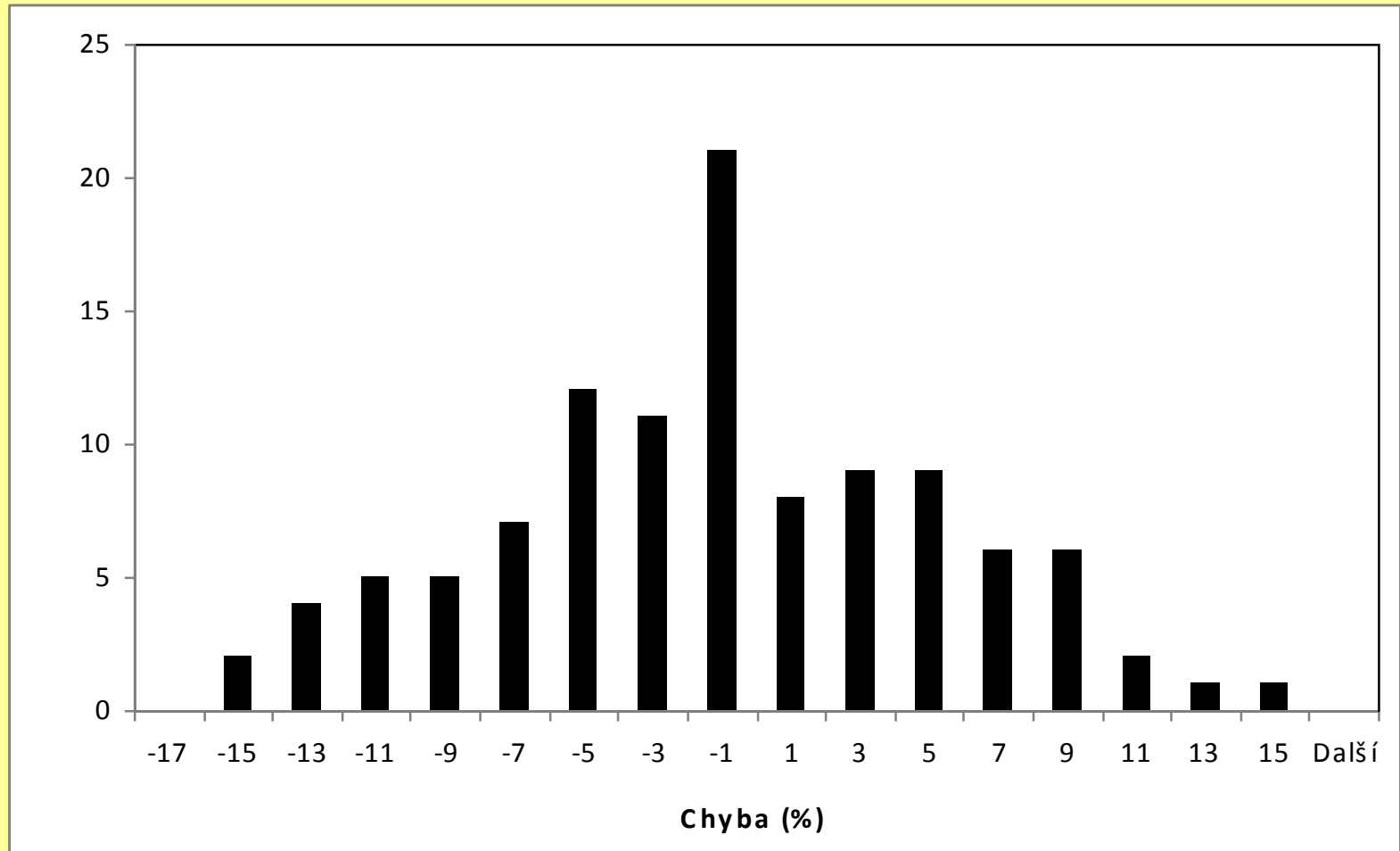
# Souhrn výsledků laboratoří:

Laboratoř	metoda	počet ov.	průměr	fit: k	fit: R2	maximum	průměrná odchyl	odchylka a.h.	abs. hodnoc	fit: k	fit: R2
1	Z	5	-2,12	1,8921	0,8196	11,9	5,78	2,50		-0,4154	0,1465
2	Z	6	-2,13	-0,1914	0,0167	8,7	3,61	2,29		-0,0571	0,008
3	Z	7	-4,26	0,6411	0,7351	9,7	2,29	2,46		-0,6196	0,7484
4	Z	5	-6,32	-0,3373	0,029	13,7	8,06	3,61		0,1438	0,0169
5	Z	3	-6,23	3,4474	0,8718	13,9	6,89	2,21		-1,9368	0,9894
6	L	7	-2,39	1,2428	0,6234	6,7	4,56	2,12		-0,2382	0,0849
7	L	6	-0,38	0,1981	0,0126	14	4,88	2,32		-0,0501	0,0017
8	L	7	-0,49	-0,969	0,4131	8,7	5,13	2,53		0,1723	0,1122
9	L	7	-1,23	-1,4989	0,5427	11,1	6,89	3,03		-0,1623	0,0248
10	L	5	-2,58	0,1246	0,1319	5,5	1,18	1,21		-0,1246	0,1319
11	L	2	-3,90	1	1	6,4	2,50	0,84		-1	1
12	L	1	5,50			4	0,00	0,29			
13	L	2	-7,20	-4,5	1	11,7	4,50	1,31		4,5	1
14	L	5	-0,56	-0,5238	0,2	6,8	2,91	1,36		0,377	0,2952
15	Z	2	1,35	1,9417	1	13	11,65	1,95		0,225	1
16	Z	7	-3,44	1,2286	0,7849	11,9	4,16	3,06		-0,4357	0,2587
17	L	6	3,68	-0,8061	0,4202	13,7	3,78	1,94		-0,767	0,4023
18	L	4	3,88	1,0557	0,7767	10	3,78	1,66		0,6613	0,5392
19	L	3	-4,27	0,675	0,4975	6,4	1,42	1,20		-0,675	0,4975
20	Sc	1	-2,80			4	0,00	0,49			
21	I	1	2,10			4	0,00	0,29			
22	L	4	-8,60	1,286	0,5878	15,6	3,50	2,74		-1,286	0,5878
23	Z	2	-0,35	10,15	1	10,5	10,15	1,74		-0,35	1
24	L	3	-3,77	0,0036	0,00004	5,8	1,36	1,09		-0,0036	0,00004
25	L	4	-5,45	0,9347	0,1869	16,1	5,33	2,07		1,0871	0,3232
26	Z	4	0,70	0,672	0,3075	7,4	4,75	1,26		-0,1855	0,1863

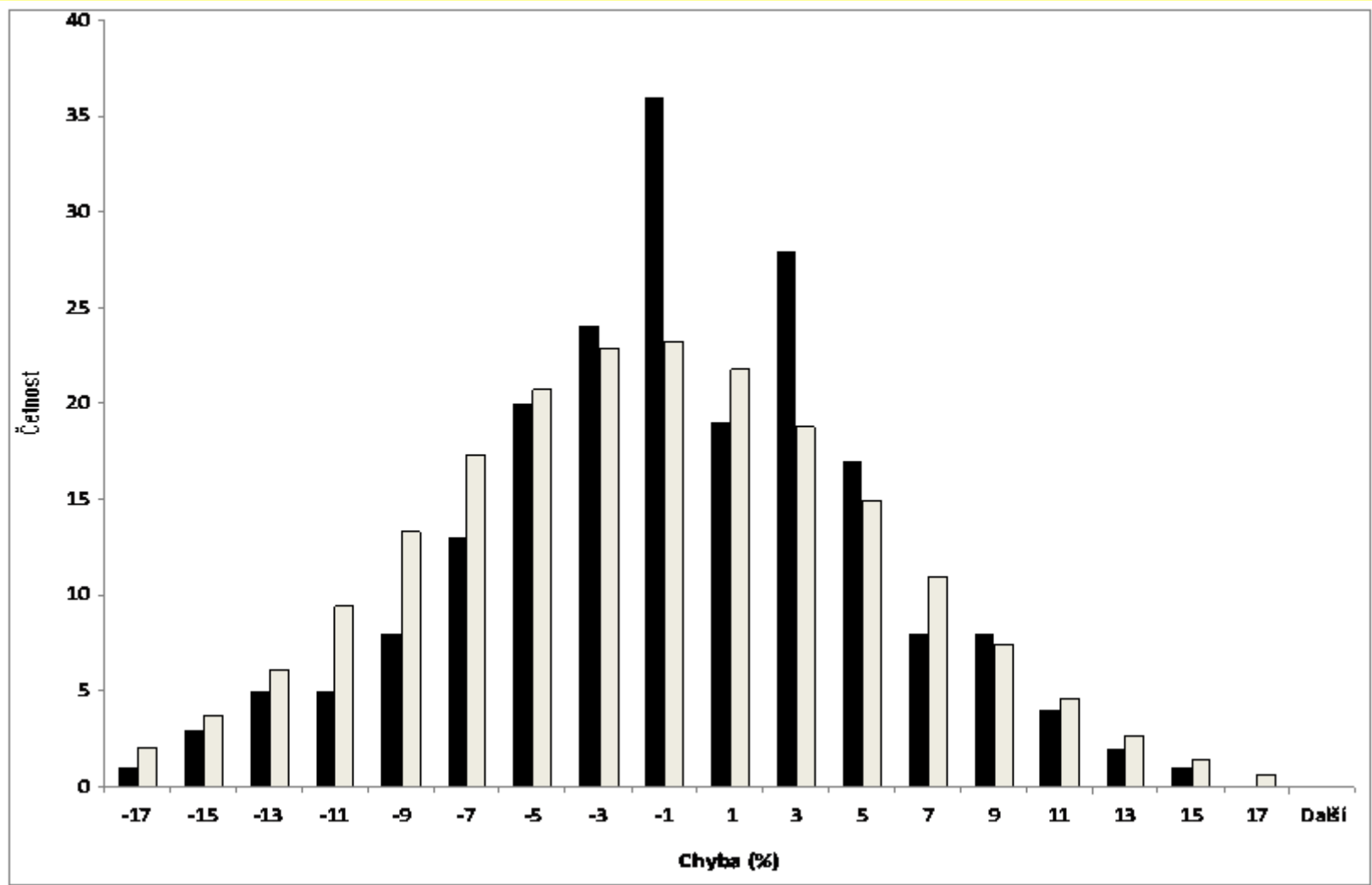


- **Závěry:**
- **Obě metody jsou zcela srovnatelné**
- **Metoda přes dceřiný radon má nepatrně větší záporné odchylky (na hladině 67%: pro rozšířenou nejistotu 2 sigma jsou odchylky smazány)**
- **Záporné odchylky jsou častější (medián vždy menší, než průměr)**
- **Změna chyb s časem není potvrzená (pod hranicí nejistot)**

- **Histogram rozdělení chyb**

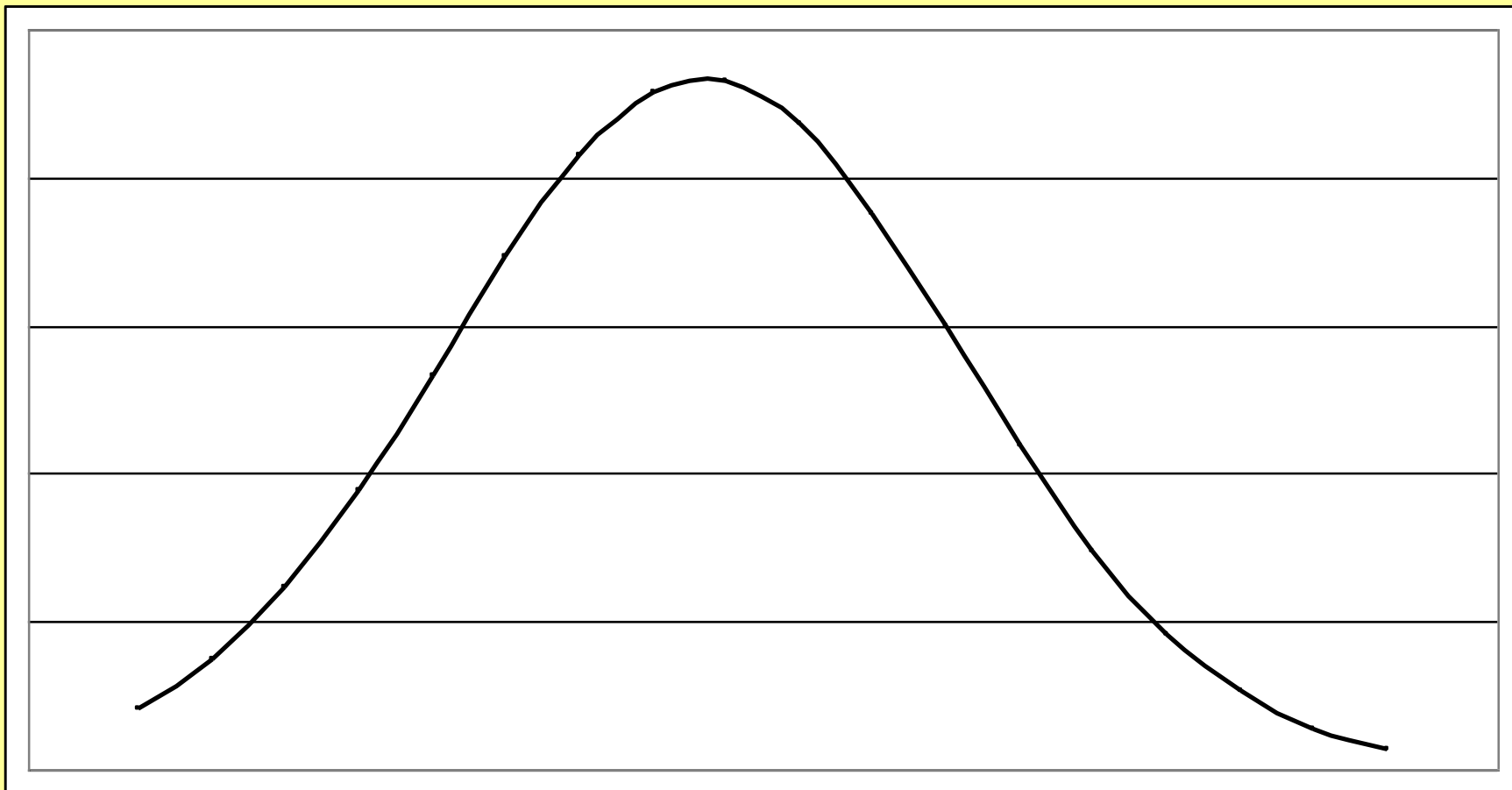


- **Histogram rozdělení chyb ve srovnání s normálním rozdělením:**

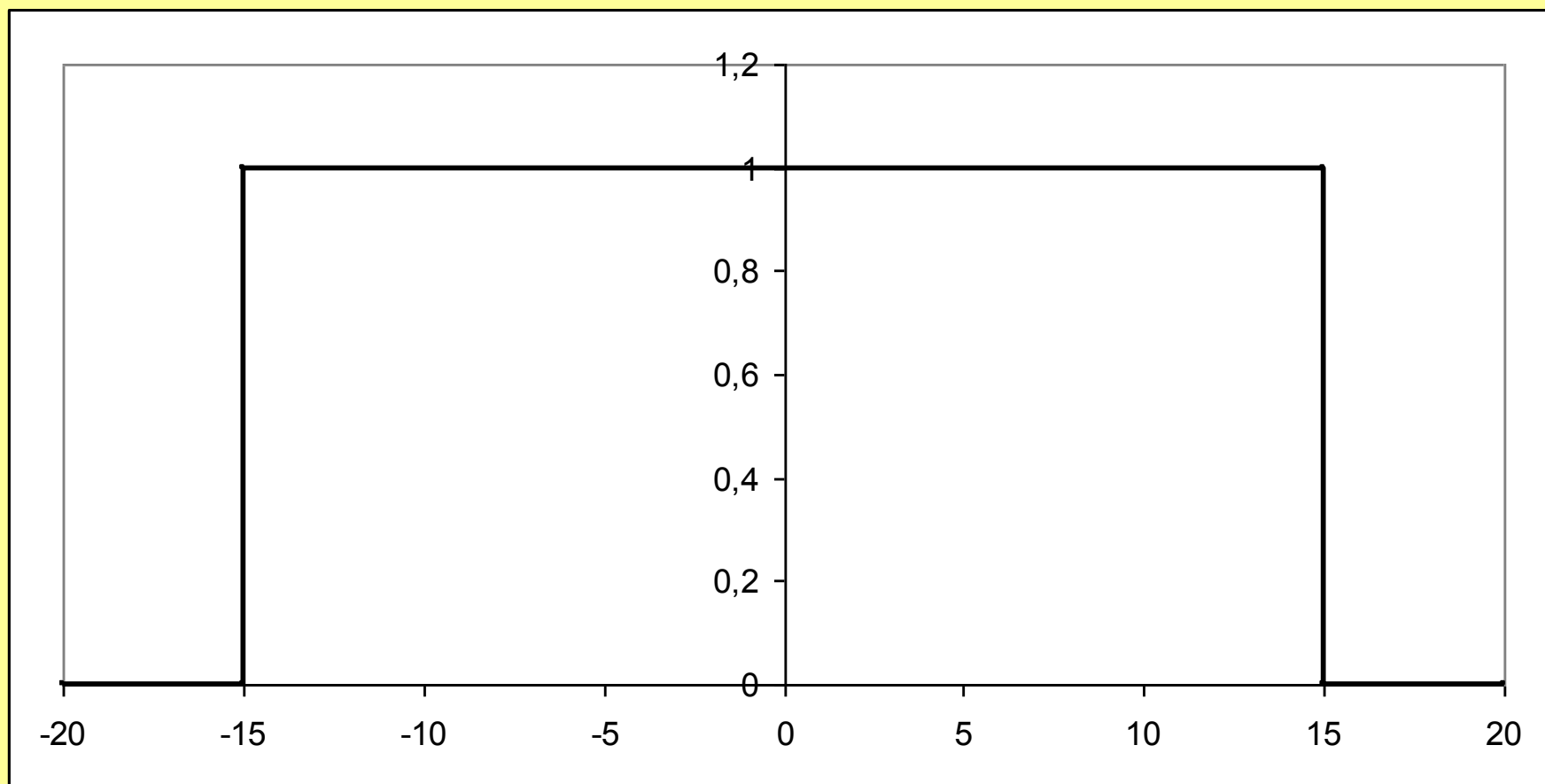


- **Test normality rozdělení:  $\chi^2$  na úrovni 98% shoda s normálním rozdělením**
- **Ale je otázka, jestli byla správně položena otázka**
- **Woody Allen si stejně myslí, že 2% je málo**

průměr=-1,6(5), rozptyl=7,0



# Legislativní požadavek:



- **Legislativní požadavek pro ověření: měřidlo neztratilo své metrologické vlastnosti**
- **Ty jsou dány požadavkem vyhlášky, opatření obecně platné povahy, technické normy, typového schválení, metrologického postupu (metodiky)**
- **Výsledek ověření je rozhodnutí ano/ne, tedy rovnoměrné rozdělení**
- **Podle interního rozhodnutí ČMI nesmí být výsledek zkoušek sdělen zadavateli**
- **Výjimečně může být sdělen, pokud to nemůže být zneužito v obchodním styku**

- **Nejistoty typu B:**
- **Rozborem známých zdrojů chyb (kalibračních, přístrojových atd.)**
- **Je výsledek ověřování známým zdrojem chyb?**



- **Závěr ze závěru:**
- **Podle analýzy dat z metrologických zkoušek měřidel s dostatečnou pravděpodobností nenastávají zásadní chyby v metodice a postupu**
- **V New Yorku tomu ale může být jinak**

Děkuji za pozornost od rybníka Svět.

