

Межлабораторные сличительные испытания в сфере радиационного контроля

В статье рассмотрены особенности участия лабораторий радиационного контроля, аккредитованных в Национальной системе аккредитации, в межлабораторных сличительных испытаниях. Представлены результаты лабораторий, принявших участие в МСИ по ряду наиболее актуальных направлений – радиационный контроль металлолома, контроль эксплуатационных параметров рентгеновских аппаратов, измерение эквивалентной равновесной объемной активности радона (ЭРОА). Приведен анализ результатов участников и типичных ошибок, возникающих при проведении измерений и обработке их результатов.

Ключевые слова: межлабораторные сравнительные испытания, сличения, национальная система аккредитации, радиационный контроль, мощность амбиентного эквивалента дозы, мониторинг радона, контроль эксплуатационных параметров рентгеновских аппаратов.

А.Н.Макаренко

(ООО «НТЦ «ЭколоджиксЛаб», г. С.-Петербург),

А.В.Дидык

(ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. С.-Петербург),

Р.В.Потапов, А.А.Яковенко

(Союз защиты экологических прав населения Московской области, г. Сергиев Посад Московской обл.)

Межлабораторные сличительные (сравнительные) испытания (далее МСИ) представляют собой организацию, проведение и оценку измерений или проверок одинаковых, или схожих элементов двумя или более лабораториями, или органами инспекции в соответствии с заранее установленными критериями [1].

В нашей стране МСИ в области измерения параметров ионизирующих излучений проводятся на протяжении длительного времени. Начиная с периода существования Системы аккредитации лабораторий радиационного контроля (САРК) активно практикуется способ проведения МСИ методом «шифрованных проб», в основном в отношении измерения активности различных радионуклидов [2].

С появлением Национальной системы аккредитации и Росаккредитации отсутствовали четко сформулированные требования об обязательном участии испытательных лабо-

раторий в МСИ. Критерии аккредитации устанавливали требование об организации контроля качества измерений несколькими способами, перечисленными в действовавшем на тот момент стандарте ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. В 2016 г. приказом Минэкономразвития России от 7 сентября 2016 г. № 570 были внесены изменения в Критерии аккредитации, в частности, был введен новый критерий 23.11.1, который формализовал требование об обязательном участии испытательных лабораторий в МСИ. В октябре того же года в развитие требований данного критерия Росаккредитацией была утверждена и опубликована Политика Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных испытаний.

Согласно п.3 данной политики, лаборатория должна не реже 1 раза в год принимать участие в программах МСИ. Аккредитованная лаборатория в течение пяти лет с момента принятия решения об аккредитации должна принять участие в МСИ по всем методам испытаний, включенным в область аккредитации.

Многие испытательные лаборатории, в частности, лаборатории радиационного контроля, столкнулись с затруднениями в связи с введенными

в законодательство изменениями, так как далеко не все методы испытаний, даже наиболее распространенные, были обеспечены провайдерами МСИ. Существовавшие на тот момент аккредитованные провайдеры в основном организовывали программы проверки квалификации по направлениям «удельная активность радионуклидов в различных пробах», «индивидуальный эквивалент дозы».

Однако более половины всех измерений, реализуемых лабораториями радиационного контроля, составляет дозиметрический контроль различных объектов – металлолом, помещения, территории, рабочие места и др. Также неохваченными оставались такие области как контроль эксплуатационных параметров рентгеновских аппаратов и мониторинг радона и его дочерних продуктов распада. МСИ по перечисленным направлениям фактически не практиковались до появления новых требований.

На сегодняшний день Росаккредитация допускает три способа участия в МСИ:

- участие у аккредитованного провайдера МСИ;
- участие у неаккредитованного провайдера МСИ;
- организация межлабораторного эксперимента.

Первый из вариантов является наиболее оптимальным,

но не всегда реализуемым по обозначенным выше причинам. Многие испытательные лаборатории пытаются формально подойти к участию в МСИ и выбирают третий вариант – межлабораторный эксперимент, ограничиваясь при этом проведением измерений одного и того же объекта с последующей обработкой результатов по собственным разработанным алгоритмам. Однако межлабораторный эксперимент подразумевает, что одна из участвующих лабораторий фактически возьмет на себя обязанности провайдера МСИ и реализует ключевые требования ГОСТ ISO/IEC 17043-2013, а не только этап проведения измерений участниками. Самой главной проблемой при этом является риск лаборатории нарушить требования беспристрастности согласно ГОСТ ISO/IEC 17025-2019. У экспертной группы в ходе проведения процедуры подтверждения компетентности зачастую возникают вопросы по поводу алгоритма обработки результатов участников и выполнению мер по предотвращению сговора между участниками.

В соответствии с ГОСТ Р 8.690-2009 [3]: «Провайдер (проверки квалификации) – юридическое лицо, осуществляющее деятельность по разработке и проведению

программ проверки квалификации испытательных лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний.»

При этом, согласно требований Росаккредитации, программы МСИ должны соответствовать ГОСТ ISO/IEC 17043-2013, в частности, должны содержать критерии выбора участников, процедуры по подготовке образца для контроля, проверке его стабильности и однородности, подробное описание используемого метода статистического анализа и т. д.

По нашему мнению, отсутствие на данный момент требования об участии лабораторий только у аккредитованных провайдеров МСИ связано, в том числе, с отсутствием необходимого количества аккредитованных провайдеров, а также достаточно жесткими требованиями Критериев аккредитации, предъявляемых к ним (наличие не менее трех человек по основному месту работы с опытом проведения МСИ не менее 3-х лет).

С 2017 г. и по настоящее время на территории РФ программы МСИ по дозиметрическим и радиометрическим измерениям реализует неаккредитованный провайдер ООО «НТЦ «Эколог-жиксЛаб». За последние 3 года в его программах проверки квалификации приняли участие около 200 испытательных лабораторий и центров. Описание основных направлений деятельности провайдера представлено ниже.

Дозиметрические методы

Показатель – мощность амбиентного эквивалента дозы (далее – МАЭД) гамма- и рентгеновского излучения $\dot{H}^*(10)$. Перечень программ представлен в табл.1.

Для каждого объекта разработана отдельная программа МСИ. Участникам предлагается провести измерение в соответствии с выбранной ими методикой. При этом созданные прототипы максимально приближены

к реально существующим объектам, с которыми испытательные лаборатории сталкиваются при обычном проведении радиационного контроля. Например, объект «помещение» представляет собой офис, в одной из стен которого скрытно размещена искусственно созданная радиационная аномалия, а объект «металлолом» выполнен в виде модели транспортного средства. Для данных направлений участникам необходимо выполнить поисковую гамма-съемку, локализовать радиационные аномалии и измерить значение МАЭД гамма-излучения в точке максимума. Для рабочих мест в условиях воздействия ИИИ измерения, как правило, проводятся на установленных методикой измерений высотах.

Эксплуатационные параметры рентгеновских аппаратов

В данной программе участникам предлагается провести измерения основных эксплуатационных характери-

Табл.1. Программы МСИ по дозиметрическим методам.

Объекты контроля	Наиболее часто используемые участниками МИ
Лом и отходы черных и цветных металлов. Транспортная партия металлолома	МУК 2.6.1.1087-02. Базовая методика дозиметрического контроля металлолома
Помещения промышленного, жилого и социально-бытового назначения в зданиях и сооружениях	МУ 2.6.1.2838-11
Территории. Территории жилой и производственной зон, территории участков под застройку	МУ 2.6.1.2398-08
Индивидуальный эквивалент дозы	МУ 2.6.1.3015-12
Рабочие места в условиях воздействия ионизирующих излучений, включая генерирующие ИИИ	МУ 2.6.1.1982-05. Руководства по эксплуатации на различные типы СИ

стик рентгеновского аппарата – керма в воздухе (расчет линейности и воспроизводимости), слой половинного ослабления (общая фильтрация), анодное напряжение, время экспозиции. Измерения проводятся участниками в один календарный день для заранее согласованного набора уставок. Для измерений используется дентальный рентгеновский аппарат, либо флюорограф.

Мониторинг радона и его дочерних продуктов распада

Измерения объемной активности радона и эквивалентной равновесной объемной активности проводятся в стабильном поле специального подземного помещения, предназначенного для научных исследований по данной тематике. В качестве монитора стабильности используется радиометр объемной активности радона-222 эталонный *AlphaGUARD PQ2000*. С целью уменьшения влияния нестабильности образца для контроля участники последовательно проводят измерения в течение одного календарного дня.

Для плотности потока радона используется модель участка грунта площадью примерно 1 м². Конструктивно модель представляет собой короб из нержавеющей стали,

в котором размещен имитатор грунта, характеризующийся постоянным потоком радона.

Контроль радиоактивного загрязнения поверхностей

Перед участниками ставится задача провести обследование участка поверхности, выявить радиационные аномалии (отдельно для альфа- и бета-излучения) и провести измерение плотности потока частиц в точке максимума. Образец для контроля представляет собой специально подготовленную рабочую поверхность со скрытно размещенными источниками типа ^{60}Co и ^{137}Cs .

Индивидуальный эквивалент дозы фотонного излучения

Для данной программы проводится одновременное облучение дозиметров участников в широком пучке поля, создаваемого рентгеновским аппаратом.

Для всех описанных программ приписанное значение и его стандартная неопределенность рассчитываются с использованием робастных методов в соответствии с действующими нормативными документами по обработке результатов измерений при проведении проверки квалификации посредством межлабораторных испытаний.

Выбор робастного алгоритма расчета приписанного значения обусловлен следующими причинами:

1) Для ряда показателей невозможно обеспечить прослеживаемость к Государственным первичным эталонам (ГПЭ) единиц величин ввиду их отсутствия (плотность потока радона, анодное напряжение и др.).

2) По нашему мнению, в некоторых случаях использование аттестованного значения, имеющего прослеживаемость к ГПЭ, не всегда является целесообразным.

Например, для объекта «металлолом» создаваемый уровень МАЭД гамма-излучения не превышает 1,0 мкЗв/ч на расстоянии 10 см от поверхности обследуемого объекта. Определение аттестованного значения МАЭД с расширенной неопределенностью ($k = 2$) хотя бы 5% посредством калибровки представляет собой достаточно сложно реализуемую задачу. При этом сравнение результата участника с этим аттестованным значением говорит, по сути, о правильности калибровки используемого участником дозиметра.

С этой точки зрения степень близости результатов участников между собой несет в себе гораздо больше информации и позволяет установить идентичность используемых

процедур измерения, оценки характеристик обследуемого объекта, оценить степень согласованности результатов участника с другими лабораториями. Как правило, лаборатории используют средства измерений, имеющие погрешность около $\pm 20\%$, и величина отклонения результата участника от робастного среднего с учетом указанных характеристик прибора является наиболее объективной оценкой для дозиметрических методов измерения.

Использование аттестованного значения для МСИ в области индивидуальной дозиметрии также имеет один существенный недостаток. Зачастую лаборатории участвуют в МСИ по данному показателю в тех же организациях, где проводят поверку установки для индивидуальной дозиметрии. Для ряда установок, использующих термолюминесцентные дозиметры, поверка включает установление калибровочного коэффициента, выраженного в мЗв/мВ. Участие в МСИ в этом случае заключается фактически в подтверждении полученного калибровочного коэффициента.

Одним из наиболее распространенных объектов для контроля является «Лом и отходы черных и цветных металлов. Транспортная партия металлолома». Был проведен

сравнительный анализ результатов шестидесяти участников с использованием алгоритма *Power-Moderated Mean* [4] (рис.1).

Данный алгоритм является одним из наиболее оптимальных и используется для оценки результатов участников международных ключевых сличений в области измерения параметров ионизирующих излучений. Одним из его главных преимуществ является возможность оценки «правильности» не только результата участника, но и его показателей точности. Для этой цели строится двумерная диаграмма *PomPlot*, которая отображает относительные отклонения отдельных результатов от контрольного значения по оси X и относительные неопределенности по оси Y.

Результаты участников, обработанные по указанному алгоритму, представлены на рис.3. В случае, если участник в качестве характеристики точности представлял погрешность результата измерений ($P = 0,95$), стандартная неопределенность рассчитывалась делением представленной погрешности на $1,96$.

На основании обработки полученных результатов можно сделать следующие выводы:

1) Около 80% результатов участников лежат в области $|\xi| < 3$ (или $|E_n| < 1,5$), при этом большая часть участников корректно оценивают неопределенность (погрешность) своих результатов.

2) Достаточно большая группа результатов находится за пределами области $|\xi| < 3$.

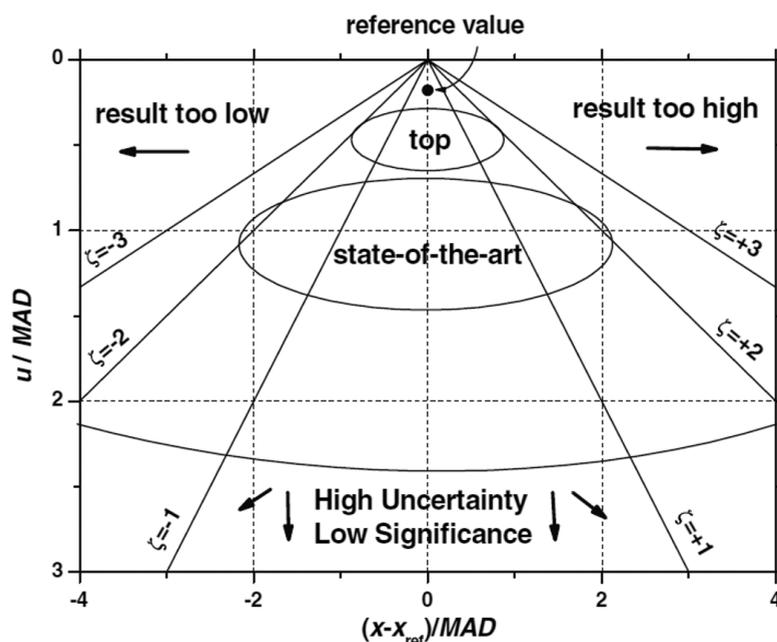


Рис.1. Диаграмма *PomPlot*.

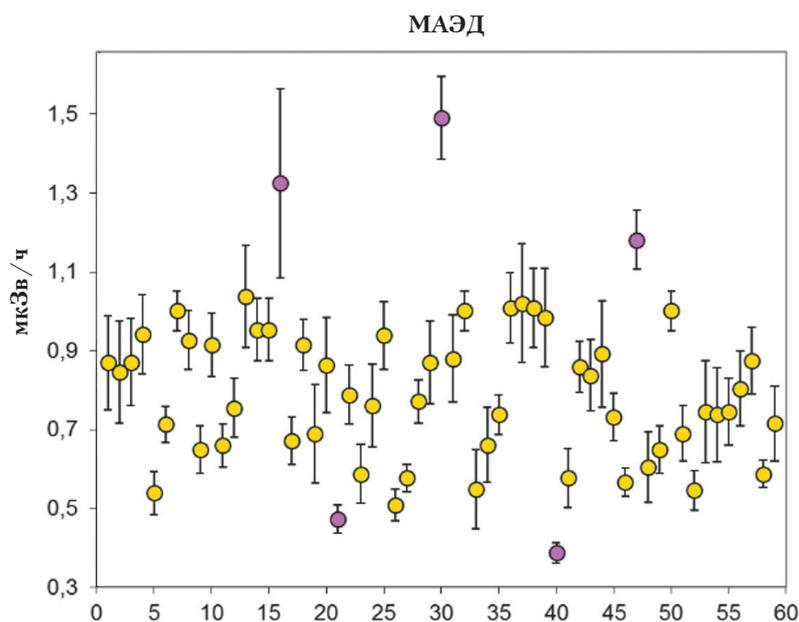


Рис.2. Результаты участников (металлолом, $\dot{H}^*(10)$).

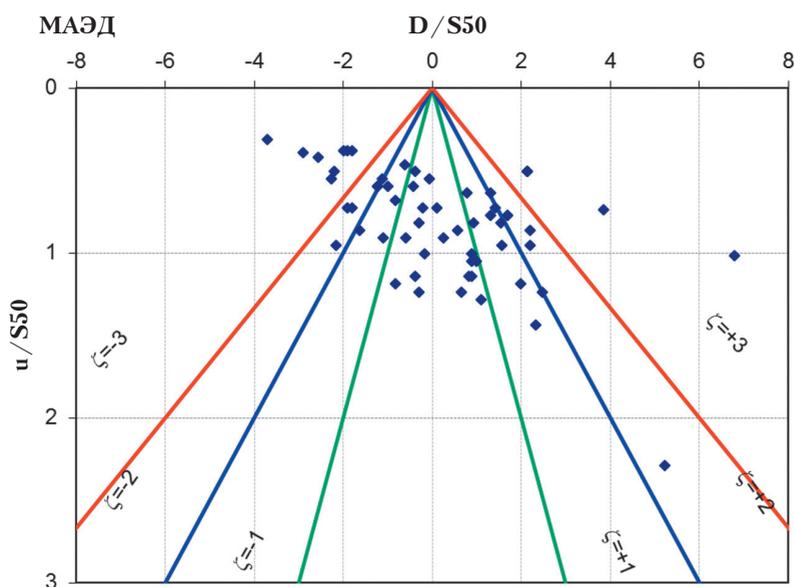


Рис.3. RomPlot для результатов участников (металлолом, $\dot{H}^*(10)$).

При этом большая часть участников этой группы (особенно в левой части диаграммы), могла бы показать удовлетворительный результат, если бы корректно рассчитывала погрешность результата своих измерений. Так, среди представленных значений по-

грешности ($P = 0,95$) присутствуют значения $\pm(0,03-0,05)$ мкЗв/ч, что, на наш взгляд, является явным занижением.

3) Около 5% результатов являются выбросами (рис.2). В этих случаях участник либо недостаточно четко локализо-

вал радиационную аномалию (занижение результата), либо имел проблемы с калировкой прибора (завышение результата).

Среди ключевых ошибок участников стоит отметить следующие:

- неправильный выбор режима работы дозиметра. Для локализации радиационной аномалии оптимально использовать либо специализированный поисковый прибор, либо специальный режим работы дозиметра. Многие участники проводят поиск радиационной аномалии в режиме «Измерение», фиксируя при этом интегральное значение $\dot{H}^*(10)$ за установленное время экспозиции, что значительно усложняет выполнение этой задачи;
- чрезмерная скорость перемещения дозиметра и выбор траектории движения. Данная ошибка возникает в основном на объекте «Территория» и приводит к необнаружению радиационной аномалии;
- недостаточность знаний в области правильного расчета неопределенности или погрешности результата измерений. Проблема носит систематический характер и во многом связана с отсутствием доступных и наглядных материалов, которые бы позволили

лабораториям овладеть этим вопросом без существенного углубления в курс метрологии.

Результаты оценки участников для показателя «керма в воздухе», определяемого в рамках проведения программы «Контроль эксплуатационных параметров рентгеновских аппаратов», представлены на рис.4, 5.

В данной программе за все время проведения лишь один участник показал неудовлетворительный результат (очевидные проблемы с калибровкой прибора). Хорошую согласованность результатов участников можно объяснить, во-первых, строгим соблюдением геометрии проведения измерений для всех участников, и, во-вторых, высоким уровнем метрологических характеристик, используемых участниками СИ (*Unfors Xi*, *RaySafe Xi*, *RaySafe X2*, *Piranha*).

Результаты оценки участников для показателя эквивалентная равновесная объемная активность радона представлены на рис.6, 7.

В данном случае получено три результата с оценкой «неудовлетворительно», однако было бы неправильно однозначно интерпретировать их как выбросы. Для расчета были взяты объединенные результаты участников за два тура МСИ. И несмотря на

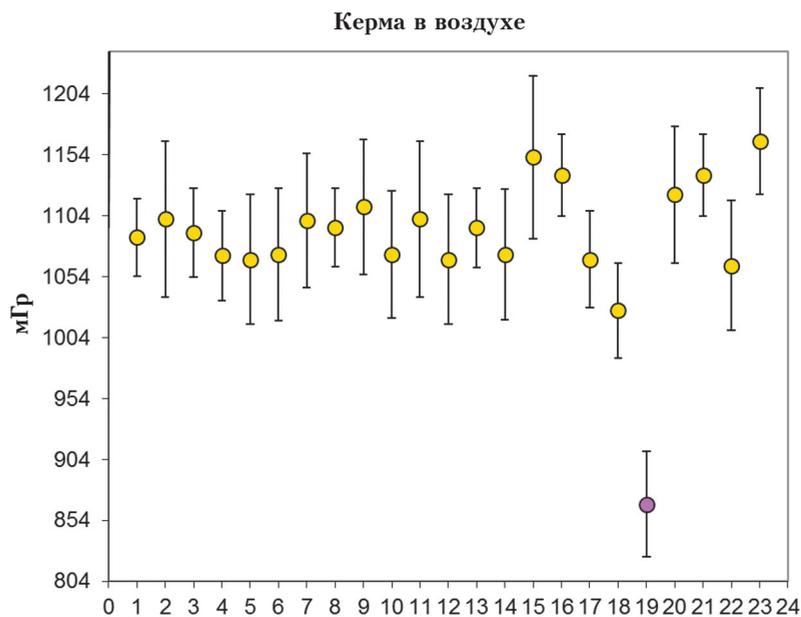


Рис.4. Результаты участников, «керма в воздухе».

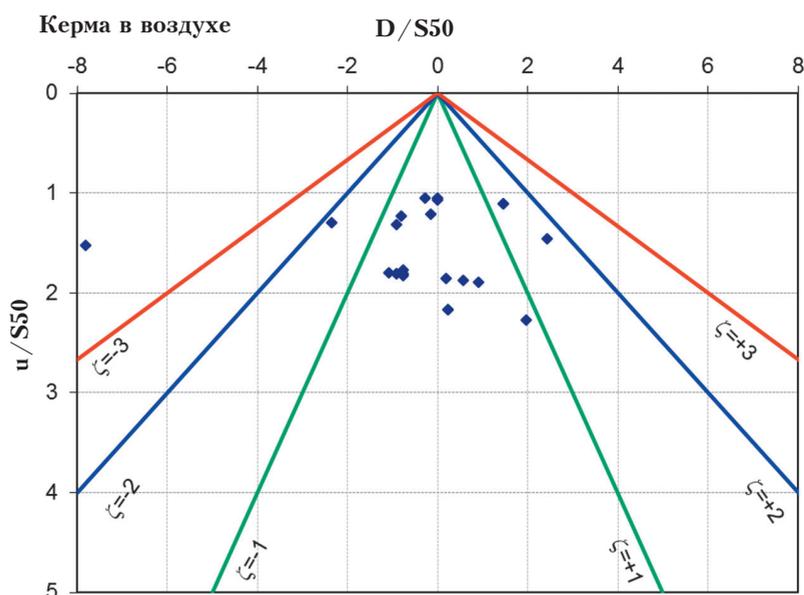


Рис.5. PomPlot для результатов участников («керма в воздухе»).

идентичные в пределах погрешности показания монитора стабильности, различие во времени проведения измерений может являться критичным фактором для показателя ЭРОА. Снова отметим, что некоторые участники допускают одну из типовых

ошибок, существенно завышая точность результатов своих измерений.

Вывод

Участие лабораторий в МСИ является одним из наиболее важных аспектов их деятельности. Наличие

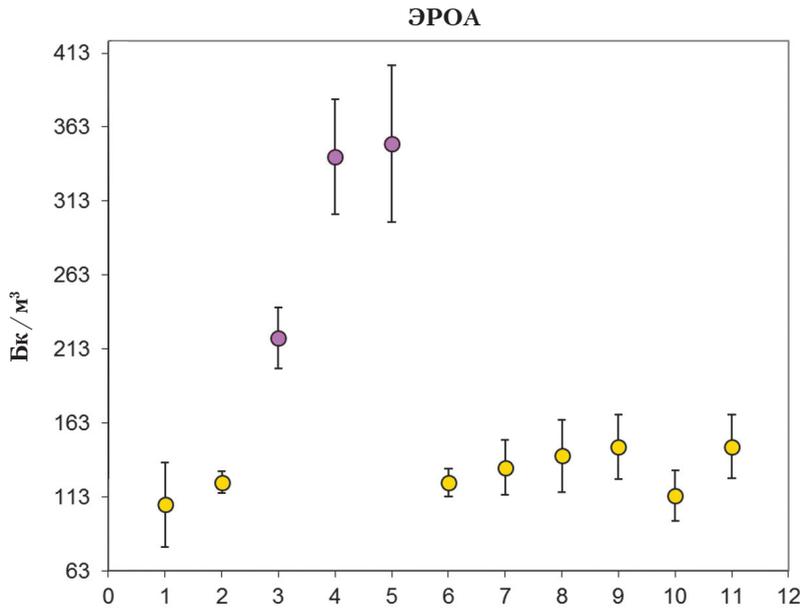


Рис. 6. Результаты участников, ЭРОА.

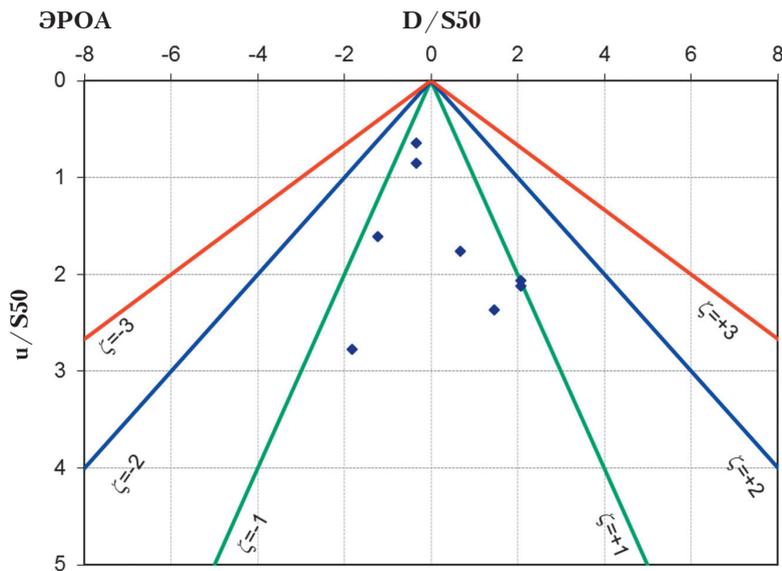


Рис. 7. PomPlot для результатов участников (ЭРОА) (результаты вывавших участников находятся за пределами диаграммы).

квалифицированных провайдеров МСИ позволяет подтвердить соответствие Критериям аккредитации, выявить недостатки в используемых лабораторией процедурах, способствует обмену профес-

сиональным опытом и знаниями с коллегами. Регулярное участие в МСИ является эффективным инструментом в организации надлежащего функционирования испытательной лаборатории, позво-

ляет им наиболее объективно проверить практические навыки сотрудников лабораторий, способствует повышению доверия к выдаваемым лабораторией результатам измерений (испытаний).

Одной из типовых ошибок участников является занижение значений погрешности (неопределенности) результатов измерений. С нашей точки зрения организация обучающих курсов, создание специальных учебных материалов, касающихся именно типовых видов измерений в области радиационного контроля, могло бы послужить отправной точкой для решения указанной проблемы.

Необходимо обеспечить дальнейшее развитие программ МСИ, что позволит охватить большее количество объектов контроля и собрать наиболее достоверные сведения о корректности измерений, осуществляемых лабораториями в той или иной отрасли, выявить и устранить типовые ошибки при проведении измерений, тем самым повысив их точность и корректность, а также уровень доверия к результатам деятельности испытательных лабораторий, в частности, лабораторий радиационного контроля.

Литература

1. Политика Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний.
2. Овсянникова Т.М., Бахур А.Е., Тутельян О.Е., Кувшинников С.И. Анализ результатов межлабораторных сравнительных испытаний 2014 года по измерениям суммарных альфа- и бета-активностей в питьевых водах // АНРИ, 2015. № 2(81). С. 2-7.
3. ГОСТ Р 8.690-2009. Использование программ проверки квалификации посредством межлабораторных сравнительных испытаний при аккредитации испытательных лабораторий. Введ. 2011-01-01. М., 2009. 4 с.
4. S. Pommi and J. Keightley, «Determination of a reference value and its uncertainty through a power-moderated mean», *METROLOGIA*, vol. 52, no. 3, pp. S200.

Interlaboratory Comparisons in the Field of Radiation Control

Makarenko Anton (Ecologixlab, Saint-Petersburg, Russia), Didyk Andrey (VNIIM, Saint-Petersburg, Russia), Potapov Roman, Yakovenko Alexey (Union for the Protection of Environmental Rights of the Population of the Moscow Region, Sergiev Posad, Moscow region, Russia)

Abstract. The article discusses the features of the radiation control laboratories participation accredited in the Russian national accreditation system in interlaboratory comparisons. The participants results in the most relevant areas are presented - scrap metal radiation monitoring, multiparameter measurements on X-ray machines, radioactive radon monitoring. The participants results analysis was performed and typical errors that occur during measurements and processing of results were discussed.

Key words: proficiency testing, interlaboratory comparisons, Russian national accreditation system, radiation control, ambient dose equivalent rate, radon monitoring, multiparameter.

А.Н.Макаренко (ген. дир.) – ООО «НТЦ «ЭкоЛоджиксЛаб», г. С.-Петербург.

А.В.Дидык (н.с.) – ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. С.-Петербург.

Р.В.Потапов (к.т.н., эксп.), А.А.Яковенко (к.т.н., эксп.) – Союз защиты экологических прав населения Московской области, г. Сергиев Посад Московской обл.

Контакты: andreww30511@gmail.com.