

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-58-67>

УДК: 001.891.53:006.03:53.08:543.632.4

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

А. И. Меркель*, М. Т. Дюсембаева, А. К. Айдарханова, Ф. Ф. Жамалдинов,
В. В. Колбин, А. Ж. Ташекова, Т. В. Коровикова

Филиал «Институт радиационной безопасности и экологии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

** E-mail для контактов: merkel@nnc.kz*

В статье описан процесс межлабораторных сравнительных испытаний, проводимых в соответствии с международными стандартами, включая ГОСТ ISO/IEC 17025 и ISO/IEC 17043, а также участие Испытательного центра «Центр радиоэкологических исследований» филиала «Институт радиационной безопасности и экологии» (далее ИРБЭ) РГП НЯЦ РК в таких сравнительных испытаниях. Описан опыт участия в национальных и международных программах сравнительных испытаний, организованных такими провайдерами, как ТОО «ИЦ Агостандарт – XXI век», ТОО «Экогидроконтроль» и ALMERA (МАГАТЭ), за период с 2020 по 2024 г. Представлены средства измерения, методики, нормативные документы и перечень объектов исследований и определяемых показателей в рамках межлабораторных сравнительных испытаний.

Особое внимание уделено результатам испытаний, полученным Испытательным центром, и их анализу с помощью статистического показателя $|Z|$, который позволяет определить степень соответствия результатов с установленными нормами провайдеров. Участие в межлабораторных сравнительных испытаниях позволяет Испытательному центру не только подтвердить свою компетентность, но и проверить сходимость результатов, воспроизводимость при калибровке, а также выявить проблемные области, связанные с методами измерений, квалификацией персонала или калибровкой оборудования. Результаты сличений продемонстрировали точность и надежность работы Испытательного центра, что подтверждает квалификацию и правильность применения методов испытаний в области радиоэкологии и химического анализа.

Ключевые слова: межлабораторные сравнительные испытания, межлабораторные сличения, оценка качества испытаний, компетентность аккредитованной лаборатории, эффективность результатов.

ВВЕДЕНИЕ

Межлабораторные сравнительные испытания (межлабораторные сличения, МСИ) представляют собой процесс оценки функционирования лаборатории на соответствие международным требованиям, устанавливающим условия проверки квалификации. Эта процедура позволяет научно-исследовательской лаборатории провести самооценку качества своих измерений, определяющих техническую компетентность, точность измерений и сравнить их с результатами других участников сличений. Такие мероприятия регулируются законодательством в области аккредитации [1].

Участие в межлабораторных сличениях служит важным инструментом самоконтроля для лабораторий, помогая выявить и устранить проблемы, а также предотвратить погрешности. Проверки могут выявить критические отклонения в процессе освоения приборов и их калибровки, даже если лаборатория оснащена современным оборудованием и работает высококвалифицированный персонал. Если методики и средства измерений требуют специальной подготовки или учета внешних факторов, вероятность погрешностей может быть высокой. Поэтому МСИ являются эффективным инструментом проверки.

Участники сличений следуют рекомендациям провайдера МСИ, анализируя полученные данные и оценивая их значимость для дальнейшей работы

лаборатории. В некоторых случаях допустим определенный процент погрешностей, в других их наличие исключается.

Регулярное участие в сличениях позволяет лаборатории не только оценить качество измерений, но и подтвердить сходимость результатов, а также воспроизводимость при калибровке [2].

Участие в межлабораторных сличениях и, в особенности, в проверках квалификации для лаборатории является важным средством контроля надежности своих результатов по отношению к приписанным значениям (опорным или согласованным), и как внешний элемент подтверждения приводит к доверию к ее компетентности со стороны заказчиков и органов по аккредитации. Участие в проверках квалификации может быть требованием законодательства или заказчиков. Подраздел 7.7.2 ISO/IEC 17025:2019 устанавливает: «Лаборатория должна осуществлять мониторинг своей деятельности путем сравнения с результатами других лабораторий, если это возможно и применимо» [3].

Необходимость в постоянном доверии к качеству работы лаборатории важна не только для лабораторий и их заказчиков, но также и для других заинтересованных сторон, таких как инспектирующие организации, органы по аккредитации лабораторий и другие организации, которые устанавливают требования к лабораториям. ISO/IEC 17011 предъявляет к

органам по аккредитации требование принимать во внимание участие лабораторий в проверке квалификации и полученные при такой проверке характеристики функционирования.

Цель работы: оценить качество проводимых работ и технической компетентности Испытательного центра «Центра радиоэкологических исследований» филиала ИРБЭ РГП НЯЦ РК по результатам межлабораторных сличительных испытаний, проведенных за период 2020–2024 гг.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

На базе лабораторий филиала ИРБЭ РГП НЯЦ РК функционирует Испытательный центр «Центр радиоэкологических исследований» (далее Испытательный центр), который аккредитован в системе аккредитации Республики Казахстан на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» [4]. Аттестат Аккредитации зарегистрирован в реестре субъектов аккредитации под номером № KZ.T.07. E1325 [5].

Область аккредитации Испытательного центра охватывает широкую номенклатуру объектов и определяемых показателей (параметров). В область аккредитации включены следующие испытания: определение альфа-, бета-, гамма-излучающих радионуклидов в объектах окружающей среды, строительных материалах, минеральном сырье, воздушных фильтрах; а также определение элементного состава объектов окружающей среды и биосубстратах. В 2024 г. в соответствии с требованиями Закона РК «Об аккредитации в области оценки соответствия» № 61-IV от 5 июля 2008 г. успешно проведена первая плановая оценка Испытательного центра. Подтверждение правильности функционирования систем менеджмента, а именно подтверждение статуса аккредитованной лаборатории повышает доверие производителей, продавцов и заказчиков услуг к деятельности Испытательного центра в сфере санитарно-эпидемиологического благополучия населения Республики Казахстан и сфере технического регулирования Республики Казахстан и стран Таможенного союза.

Для подтверждения качества выполнения испытаний Испытательный центр участвует в проведении межлабораторных сравнительных испытаний не только с организациями-провайдером Республики Казахстан, но и с Международным агентством по атомной энергии (МАГАТЭ).

Испытательный центр с 2020 по 2024 г. для подтверждения качества проводимых работ и технической компетентности при определении химических элементов и радионуклидов в различных объектах окружающей среды принимал участие в нескольких межлабораторных сличениях проводимых провайдерами, а именно ТОО ИЦ «Агростандарт – XXI век», ТОО «Экогидроконтроль» и ALMERA (МАГАТЭ).

Для проведения наиболее достоверной и объективной оценки квалификации Испытательный центр участвовал в МСИ проводимыми провайдерами, имеющие свидетельство об аккредитации и большой опыт в проведении межлабораторных сличений.

ТОО ИЦ «Агростандарт – XXI век» является одной из ведущих компаний в сфере подтверждения соответствия и экспертизы в области промышленной безопасности, располагает собственным испытательным центром, оснащенный большим и уникальным парком испытательного и измерительного оборудования, который постоянно дополняется и обновляется. В компании внедрена и поддерживается система менеджмента качества, соответствующая международному стандарту ISO 9001, сертифицированная Ассоциацией по сертификации «Русский Регистр» и IQNet.

Деятельность ТОО «Экогидроконтроль» направлена на обеспечение испытательных лабораторий стандартными образцами состава и свойств различных объектов, организация и проведение МСИ по различным объектам, разработка и производство стандартных образцов с внесением в реестр Республики Казахстан.

ALMERA (Analytical Laboratories for the Measurement of Environmental Radioactivity/ Аналитические лаборатории для измерения радиоактивности в окружающей среде), включающую сеть аналитических лабораторий. Система ALMERA была создана МАГАТЭ в 1995 г. В настоящее время ее участниками являются аналитические лаборатории многих стран мира.

В таблице 1 приведен перечень технических средств измерений для проведения межлабораторных сличений, а в таблице 2 – перечень нормативных документов, используемых Испытательным центром при проведении МСИ.

Статистический анализ полученных результатов осуществлялся провайдерами в соответствии с рекомендациями ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 [24]. Определялся количественный показатель $|Z|$, который характеризует совместимость результатов с учетом установленного разброса результатов участников. Полученные значения показателя $|Z|$ сравнивались с критическими значениями следующим образом:

$|Z| \leq 2,0$ – указывает на «принято», «удовлетворительное» функционирование и не требует принятия мер;

$3,0 \geq |Z| > 2,0$ – указывает на «сомнительное» функционирование и требует предупреждающих мер;

$|Z| > 3,0$ – указывает на «неудовлетворительное» функционирование и требует принятия корректирующих и/или предупреждающих мер.

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Таблица 1. Перечень средств измерений Испытательного центра, используемых при МСИ

№ п/п	Используемые средства измерения	Наименование определяемого параметра
1	Гамма-спектрометр многоканальный для измерения рентгеновского и гамма-излучения CANBERRA с широкополосным германиевым детектором BE3830	удельная активность гамма-излучающих радионуклидов: америция-241, кобальта-60, цезия-137, калия-40, европия-152, радия-226 и его дочерних радионуклидов, тория-232 и его дочерних радионуклидов, урана-238 и его дочерних радионуклидов, урана-235 и его дочерних радионуклидов.
2	Масс-спектрометр на основе индуктивно-связанной плазмы Agilent 7700X ICP-MS	массовая концентрация химических элементов: бария, бериллия, ванадия, гадолиния, галлия, германия, гольмия, кадмия, диспрозия, европия, железа, иттрия, иттербия, золота, кобальта, лантана, лития, лютеция, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, неодима, ниобия, олова, празеодима, рубидия, самария, свинца, серебра, скандия, стронция, сурьмы, тантала, тория, урана, хрома, цезия, церия, цинка, эрбия, оксида магния, оксида алюминия, оксида калия, оксида кальция, оксида титана, оксида марганца, оксида железа III, алюминия, индия, калия, кальция, лютеция, магния, натрия, урана.
3	Спектрометр рентгенофлуоресцентный S8 TIGER	массовая концентрация химических элементов: кадмия, кобальта, кремния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, ниобия, олова, рубидия, свинца, серы, серебра, стронция, сурьмы, тантала, тория, урана, хрома, цезия, церия, цинка.
4	Радиометр альфа-бета-излучения спектрометрический Quantulus 1220	удельная активность бета-излучающих радионуклидов: трития; общая альфа-радиоактивность (суммарная альфа-активность); общая бета-радиоактивность (суммарная бета-активность).
5	Альфа-бета радиометр УМФ-2000	общая альфа-радиоактивность (суммарная альфа-активность); общая бета-радиоактивность (суммарная бета-активность).

Таблица 2. Перечень нормативных документов, применяемых Испытательным центром, при МСИ

№ п/п	Наименование продукции (объекта)	Нормативные документы [6–14]
1	Почвы, грунты, донные отложения, минеральное сырье, промышленные отходы	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine». KZ.07.00.03351-2016 «Методика количественного химического анализа «Определение элементного состава горных пород, почв, грунтов и донных отложений атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой методами». ISO 18227:2014 (E) «Качество почвы. Определение элементарного состава методом рентгеновского флуоресцентного анализа».
2	Материалы и изделия строительные	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine». ГОСТ 30108-94 «Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов». СП РК 2.04-109-2013 «Радиационный контроль на объектах строительства, предприятиях стройиндустрии и строительных материалов».
3	Вода хозяйственно-питьевого назначения, природная (в т. ч. поверхностные, подземные, грунтовые, артезианские воды), сточная	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine». СТ РК ISO 9698-2022 «Качество воды. Тритий. Метод определения активности с помощью жидкостно-сцинтилляционного счета». KZ 07.00.03104-2015 «Методика радиационного контроля. Суммарная альфа-бета-активность природных вод (пресных и минерализованных). Подготовка проб и выполнение измерений».
4	Воздушные фильтры	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine».
5	Моча (урина)	KZ.06.01.00148-2020 «Методика выполнения измерений. Определение массовой концентрации урана в моче человека методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с использованием внутреннего стандарта иридия». ГОСТ ISO 17294-2-2019 «Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 2. Определение некоторых элементов, включая изотопы урана».

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В процедуре МСИ в разные годы участвовало разное количество аккредитованных лабораторий (России и Казахстана), а также более 450 лабораторий из разных стран мира в рамках международных программ ALMERA (МАГАТЭ) [15–23].

В таблице 3 представлены результаты МСИ удельной эффективной активности радионуклидов, проводимой провайдером ТОО «ИЦ Агростандарт – XXI век» за 2020 и 2023 г. участия, с использованием

цемента в качестве образца. Испытательный центр остался в допустимых пределах норм для количественного значения исследуемых радионуклидов, что говорит о правильности использования методов испытаний и показывает хорошую квалификацию лабораторий.

В таблицах 4–7 представлены результаты межлабораторного сличения, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2021-2024 гг.

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Таблица 3. Анализ удельной эффективной активности естественных радионуклидов в Бк/кг, методом гамма-спектрометрии (образец измерения – цемент, ТОО «ИЦ Агростандарт – XXI век»)

Год участия	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «ИЦ Агростандарт – XXI век»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Отклонение от установленного значения (Z)	Заключение (Z)
	Бк/кг	Бк/кг	Бк/кг	Бк/кг		
2020	49	49	49,0	48,9	0,0	принято
2023	49,6	46,8	49,6	44,0	2,8	принято

Таблица 4. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2021 г., с использованием методов масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и титриметрии

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Ca ²⁺	вода	мг/дм ³	35,1	51,5	69,5	33,5	-31,9	35	принято (-1,2)
SO ₄ ²⁻	вода	мг/дм ³	310,5	280,0	364	196	10,9	30	принято (0,9)
Cl ⁻	вода	мг/дм ³	50,1	50,1	67,5	32,5	0,2	35	принято (0,0)
Fe	вода	мг/дм ³	0,9	0,8	1,1	0,6	2,3	35	принято (0,1)
Ni	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,2	0,2	0,0	30	принято (0,0)
Mn	вода	мг/дм ³	0,7	0,2	0,2	0,1	-5,9	30	принято (-0,5)
Pb	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,3	0,2	0,0	30	принято (0,0)
Zn	вода	мг/дм ³	0,3	0,3	0,4	0,2	16,0	40	принято (0,9)
Cd	руда	%	0,0	0,0	0,0	0,0	-33,3	35	принято (-1,6)
Pb	руда	%	1,3	1,7	2,2	1,2	-25,3	30	принято (-1,7)
CaO	руда	%	2,4	2,7	3,4	2,0	-10,9	25	принято (-0,8)
MgO	руда	%	1,7	1,7	2,9	1,9	-1,8	30	принято (-0,1)
MnO	руда	%	0,6	0,6	0,8	0,4	-3,4	30	принято (-0,7)

Таблица 5. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2022 г., с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и рентгенофлуоресцентного анализа

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Al ₂ O ₃	руда	%	3,8	4,2	4,6	3,8	-9,5	10	принято (-0,2)
CaO	руда	%	17,0	21,6	27,0	16,2	-21,4	25	принято (-1,7)
Fe ₂ O ₃	руда	%	5,3	5,3	5,8	4,7	1,0	10	принято (-1,1)
Ba	руда	%	0,1	0,1	0,2	0,1	-20,0	20	принято (-1,1)
Cd	руда	%	0,02	0,01	0,1	0,1	-1,8	25	принято (-0,4)
Pb	руда	%	0,7	0,8	0,9	0,6	-4,4	20	принято (-1,6)
Ag	руда	%	37,0	38,5	52,0	25,0	-3,9	35	принято (-0,5)
Zn	руда	%	3,0	3,2	3,5	2,8	-4,8	10	принято (-0,6)

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Из таблиц видно, что в большинстве случаев результаты исследований на содержание элементов в контрольных образцах разных объектов, в разные годы имеет незначительную погрешность от допустимых значений, установленных провайдером, а в некоторых случаях полностью отсутствует. Данные результаты показывают повышенную точность и пра-

вильность проведенных измерений и подтверждает высокую компетенцию Испытательного центра.

Испытательный центр также принимал участие в МСИ по программе ALMERA (МАГАТЭ) в 2020, 2022 и 2024 гг. В таблице 8 отображены результаты испытаний, с использованием методов гамма-спектрометрии и масс-спектрометрии.

Таблица 6. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2023 г., с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Bi	руда	млн ⁻¹	2,2	1,9	2,6	1,3	14	35	принято (0,6)
Fe	руда	%	2,8	2,9	2,5	2,4	-4,8	20	принято (-0,7)
Co	руда	млн ⁻¹	13	13,4	18,1	8,7	-3,0	35	принято (-3,0)
Mn	руда	млн ⁻¹	440	440	550	330	0,0	25	принято (0,0)
Cu	руда	%	0,01	0,8	0,2	0,1	-9,1	20	принято (-1,3)

Таблица 7. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2024 г., с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Al	вода	мг/дм ³	0,8	1,9	1,9	0,6	-10,9	30	принято (-0,8)
Cd	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,2	0,1	4,4	25	принято (0,5)
Co	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,3	0,2	1,9	30	принято (0,2)
Cu	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,3	0,2	-5,7	30	принято (-0,8)
As	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,2	0,3	0,0	30	принято (0,0)

Таблица 8. Результаты МСИ по программе участия ALMERA (МАГАТЭ)

Элемент	Год участия	Проба		Шифр метода	Ед. изм.	Контрольные значения ALMERA	Допустимые отклонения от контрольного значения, %	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Относительные отклонения от контрольного значения, %	Заключение (Z)
		номер	шифр							
¹³⁴ Cs	2020	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	33,5	20	31,7	-5,4	принято (1,3)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	119,4	20	113	-5,4	принято (0,7)
	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	15,9	20	11,9	-25,2	неудовлетворительно (4,0)
	2022	3	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	12,1	20	9,5	-21,5	неудовлетворительно (3,7)
	2024	5	фильтр	гамма-спектр.	Бк/кг	7,7	30	7,91	2,6	принято (0,5)
¹³⁷ Cs	2020	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	64,4	20	63,2	-1,9	принято (1,7)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	18,9	25	18,1	-4,2	принято (0,6)
	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	24,2	20	27,5	13,6	принято (2,2)
	2022	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	10,1	30	10,5	3,9	принято (0,3)

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Элемент	Год участия	Проба		Шифр метода	Ед. изм.	Контрольные значения ALMERA	Допустимые отклонения от контрольного значения, %	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Относительные отклонения от контрольного значения, %	Заключение (Z)
		номер	шифр							
	2022	3	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	22,6	20	24,0	6,2	принято (1,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	2,4	30	2,6	8,2	принято (0,4)
²² Na	2020	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	76,8	20	63,2	-17,6	принято (2,7)
	2024	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	19,1	20	17,5	-8,4	принято (1,5)
⁹⁰ Sr	2020	1	вода	бета-спектр.	Бк/кг	23,9	30	25,2	5,4	принято (0,6)
	2024	1	вода	бета-спектр.	Бк/кг	23,6	30	18,7	-20,8	принято (2,8)
	2024	5	фильтр	бета-спектр.	Бк/кг	3,3	30	3,17	-3,4	принято (0,5)
²²⁸ Ac	2020	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	24,7	25	26,5	7,3	принято (0,9)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	34,9	30	37,4	7,7	принято (0,6)
	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	307,0	30	318	3,6	принято (24,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	130,0	30	141,0	8,5	принято (10,0)
²²⁴ Ra	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	11,5	30	9,7	-15,7	принято (0,3)
²²⁸ Ra	2020	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	24,7	25	26,5	7,3	принято (1,9)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	34,9	30	37,4	7,2	принято (0,6)
	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	340,0	30	352	3,5	принято (37,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	144,0	30	141	-2,1	принято (26,0)
²¹² Bi	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	11,5	60	9,7	-15,7	принято (0,3)
	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	307,0	30	314	2,3	принято (28,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	130,0	30	145	11,5	принято (19,0)
²¹⁴ Bi	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	340,0	30	338	-0,6	принято (22,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	144,0	30	147	2,1	принято (12,0)
⁴⁰ K	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	369,0	25	405	9,8	принято (1,3)
	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	873,0	30	1001	14,7	принято (88,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	35,1	30	27	-23,1	принято (-0,9)
⁶⁰ Co	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	17,7	20	17,7	0,0	принято (0,0)
²¹⁰ Pb	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	31,3	30	39,5	26,2	принято (4,3)
	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	306,0	30	290	-5,2	принято (28,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	140,0	30	110	-21,4	принято (9,0)
²¹² Pb	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	11,5	30	9,7	-15,7	принято (0,4)
	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	307,0	30	323	5,2	принято (20,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	130,0	30	143	10,0	принято (9,0)

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Элемент	Год участия	Проба		Шифр метода	Ед. изм.	Контрольные значения ALMERA	Допустимые отклонения от контрольного значения, %	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Относительные отклонения от контрольного значения, %	Заключение (Z)
		номер	шифр							
²¹⁴ Pb	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	340,0	30	347	2,1	принято (24,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	144,0	30	154	6,9	принято (9,0)
²⁴¹ Am	2022	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	10,1	30	10,5	3,9	принято (0,7)
	2022	3	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	0,9	30	0,9	2,0	принято (0,3)
²³⁴ Th	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	246,0	30	260,0	5,7	принято (17,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	143,0	30	137	-4,2	принято (11,0)
²⁰⁸ Tl	2024	3	отложение	гамма-спектр.	Бк/кг	110,0	30	112	1,8	принято (7,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	46,7	30	51	9,2	принято (4,0)
¹⁵² Eu	2024	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	14,8	20	15,2	2,7	принято (1,6)
³ H	2022	2	вода	бета - спектр.	Бк/кг	10,8	30	6	-44,4	неудовлетворительно (8,0)
	2024	1	вода	бета - спектр.	Бк/кг	19,5	30	22,6	15,9	принято (4,2)
^U	2024	1	вода	ИСП-МС	нг/г	2,3	30	2,1	-6,0	принято (0,2)
²³⁵ U	2024	1	вода	ИСП-МС	нг/г	0,02	30	0,02	6,3	принято (0,0)
²³⁸ U	2024	1	вода	ИСП-МС	нг/г	2,2	30	2,1	-6,0	принято (0,2)

Методом гамма- и бета-спектрометрии в различных объектах (вода, биообразцы, отложения, бокситы) были проанализированы следующие радионуклиды: ¹³⁴Cs, ¹³⁷Cs, ²²Na, ⁹⁰Sr, ²²⁸Ac, ²²⁴Ra, ²²⁸Ra, ²¹²Bi, ²¹⁴Bi, ⁴⁰K, ⁶⁰Co, ²¹⁰Pb, ²¹²Pb, ²⁴¹Am, ²³⁴Th, ²⁰⁸Tl, ¹⁵²Eu, ³H. Методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой в воде определён уран (²³⁵U, ²³⁸U). В большинстве случаев испытания были успешно пройдены, относительные отклонения от контрольного значения не превышают допустимые значения это видно из сводной таблицы. Следует отметить, что анализируемые образцы и определяемые радионуклиды охватывают широкий спектр, причем большинство из них включены в область аккредитации Испытательного центра.

Таким образом, суммарный процент всех проведенных принятых результатов равен 97% (рисунок 1), процент неудовлетворительных результатов равен 3%.

Неудовлетворительные результаты по гамма-спектрометрическому анализу водных образцов (№1 и №3) показали, что заявленные значения удельной активности ¹³⁴Cs не вошли в допустимый интервал отклонений от целевого значения ($\pm 20\%$). Это обусловлено спецификой распада ¹³⁴Cs, при котором необходимо учитывать поправку на каскадное суммирование. Игнорирование данного фактора приводит к занижению результатов, что было выявлено в ходе испытаний.

В рамках тех же испытаний были отклонены результаты бета-спектрометрического анализа трития,

где отклонение от целевого значения составило -44%. Это можно объяснить низким целевым значением активности в исследуемом образце, что повышает вероятность ошибки за счет фоновых флуктуаций, а также потерь, возникающих на этапе подготовки проб к измерению.



Рисунок 1. Результаты реализации программ МСИ за 2020–2024 гг.

Во избежание получения отрицательных результатов при проведении МСИ рекомендуется проведение обучающих тренингов для персонала с разбором возможных систематических ошибок, разработка корректирующих мер, усовершенствование методов пробоподготовки, проведение контрольных испытаний, участие в следующих МСИ по неудовлетворительным показателям.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Участие в межлабораторных сличениях дает возможность для аккредитованных лабораторий Испытательного центра подтвердить свою компетентность, проверить уровень квалификации, повысить технический уровень своих специалистов, а также осуществить контроль качества применяемых методов измерений и выявить методические проблемы.

Результаты измерений, полученные при межлабораторных сличениях, могут в дальнейшем использоваться аккредитованными лабораториями Испытательного центра для внутреннего контроля показателей своей деятельности, признания технической компетентности в заявленной области и применяться при подтверждении компетентности лабораторий.

Испытательный центр имеет достаточный опыт участия в межлабораторных сличениях с целью проверки квалификации. Успешное прохождение внешнего контроля качества подтверждает правильность организации проведения исследований и позволяет Испытательному центру «Центру радиоэкологических исследований» филиала ИРБЭ РГП НЯЦ РК принимать участие в национальных и международных программах и проектах.

Исследования выполнены в рамках научно-технической программы «Развитие атомной энергетики в Республике Казахстан» (ИРН BR24792713).

ЛИТЕРАТУРА

1. Закон Республики Казахстан от 5 июля 2008 года № 61-IV «Об аккредитации в области оценки соответствия» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 08.06.2024 г.)
2. О.А. Белоус. Межлабораторные сличения как способ улучшения работы научно – исследовательской лаборатории УО «ГТАУ». // Сельское хозяйство – проблемы и перспективы, Гродно. – 2016. – Т. 35. – С. 16–20.
3. ГОСТ ISO/IEC 17025:2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».
4. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».
5. Сертификат аккредитации Испытательный центр «Центр радиоэкологических исследований» филиала «ИРБЭ» РГП НЯЦ РК, Информационная система технического регулирования «e-KTRM». URL: <https://techreg.gov.kz>
6. KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectraLine».
7. KZ.07.00.03351-2016 «Методика количественного химического анализа. Определение элементного состава горных пород, почв, грунтов и донных отложений атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой методами».

8. ISO 18227:2014 (E) «Качество почвы. Определение элементарного состава методом рентгеновского флуоресцентного анализа».
9. ГОСТ 30108-94 «Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов».
10. СП РК 2.04-109-2013 «Радиационный контроль на объектах строительства, предприятиях стройиндустрии и строительных материалов».
11. СТ РК ISO 9698-2022 «Качество воды. Тритий. Метод определения активности с помощью жидкостно-сцинтилляционного счета».
12. KZ 07.00.03104-2015 «Методика радиационного контроля. Суммарная альфа-бета-активность природных вод (пресных и минерализованных). Подготовка проб и выполнение измерений».
13. KZ.06.01.00148-2020 «Методика выполнения измерений. Определение массовой концентрации урана в моче человека методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с использованием внутреннего стандарта иридия».
14. ГОСТ ISO 17294-2-2019 «Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 2. Определение некоторых элементов, включая изотопы урана».
15. Отчет проверка квалификации по средствам межлабораторных сравнительных испытаний, ТОО «ИЦ Агро-стандарт – XXI век», код участника 25 за 2020 г.
16. Отчет проверка квалификации по средствам межлабораторных сравнительных испытаний, ТОО «ИЦ Агро-стандарт – XXI век», код участника 80 за 2023 г.
17. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2021», третий этап. Код участника 232. 2021 г.
18. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2022», третий этап. Код участника 110. 2022 г.
19. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2023», третий этап. Код участника 96. 2023 г.
20. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2024», третий этап. Код участника 56. 2024 г.
21. Индивидуальный отчет об оценке аттестационного испытания ALMERA IAEA-TEL-2020-04, код участника 47. 2020 г.
22. Индивидуальный отчет об оценке аттестационного испытания ALMERA IAEA-TERC-2022-02, код участника 26. 2022 г.
23. Индивидуальный отчет об оценке аттестационного испытания ALMERA IAEA-TERC-2024-01, код участника 313. 2024 г.
24. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 «Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации».

REFERENCES

1. Zakon Respubliki Kazakhstan ot 5 iyulya 2008 goda No. 61-IV “Ob akkreditatsii v oblasti otsenki sootvetstviya” (s izmeneniyami i dopolneniyami po sostoyaniyu na 08.06.2024 g.)
2. O.A. Belous. Mezhlaboratornye slicheniya kak sposob uluchsheniya raboty nauchno-issledovatel'skoy laboratorii

- UO “GGAU”. // Sel'skoe khozyaystvo – problemy i perspektivy, Grodno. – 2016. – T. 35. – P. 16–20.
3. GOST ISO/IEC 17025:2019 “Obshchie trebovaniya k kompetentnosti ispytatel'nykh i kalibrovочnykh laboratoriy”.
 4. GOST ISO/MEK 17025-2019 “Obshchie trebovaniya k kompetentnosti ispytatel'nykh i kalibrovочnykh laboratoriy”.
 5. Sertifikat akkreditatsii Ispytatel'nyy tsentr “Tsentr radioekologicheskikh issledovaniy” filiala “IRBE” RGP NYaTs RK, Informatsionnaya sistema tekhnicheskogo regulirovaniya «e-KTRM». URL: <https://techreg.gov.kz>
 6. KZ.07.00.03126-2015 “Aktivnost' radionuklidov v schetnykh obraztsakh. Metodika izmereniy na gamma-spektrometrach s ispol'zovaniem programmno obespечeniya SpectraLine”.
 7. KZ.07.00.03351-2016 “Metodika kolichestvennogo khimicheskogo analiza. Opredelenie elementnogo sostava gornykh porod, pochv, gruntov i donnykh otlozheniy atomno-emissionnym s induktivno svyazannoy plazmoy i mass-spektral'nykh s induktivno svyazannoy plazmoy metodami”.
 8. ISO 18227:2014 (E) “Kachestvo pochvy. Opredelenie elementarnogo sostava metodom rentgenovskogo fluorestscentnogo analiza”.
 9. GOST 30108-94 “Materialy i izdeliya stroitel'nye. Opredelenie udel'noy effektivnoy aktivnosti estestvennykh radionuklidov”.
 10. SP RK 2.04-109-2013 “Radiatsionnyy kontrol' na ob'ektakh stroitel'stva, predpriyatiyakh stroyindustrii i stroitel'nykh materialov”.
 11. ST RK ISO 9698-2022 “Kachestvo vody. Tritel'nyy Metod opredeleniya aktivnosti s pomoshch'yu zhidkostno-stsintillyatsionnogo scheta”.
 12. KZ 07.00.03104-2015 “Metodika radiatsionnogo kontrolya. Summarnaya al'fa-beta-aktivnost' prirodnykh vod (presnykh i mineralizovannykh). Podgotovka prob i vypolnenie izmereniy”.
 13. KZ.06.01.00148-2020 “Metodika vypolneniya izmereniy. Opredelenie massovoy kontsentratsii urana v moche cheloveka metodom mass-spekrometrii s induktivno svyazannoy plazmoy s ispol'zovaniem vnutrennego standartnogo iridiya”.
 14. GOST ISO 17294-2-2019 “Kachestvo vody. Primenenie mass-spekrometrii s induktivno svyazannoy plazmoy. Chast' 2. Opredelenie nekotorykh elementov, vkluchaya izotopy urana”.
 15. Otchet proverki kvalifikatsii po sredstvam mezhlaboratornykh sravnitel'nykh ispytaniy, TOO “ITs Agrostandart – XXI vek”, kod uchastnika 25 za 2020 g.
 16. Otchet proverki kvalifikatsii po sredstvam mezhlaboratornykh sravnitel'nykh ispytaniy, TOO “ITs Agrostandart – XXI vek”, kod uchastnika 80 za 2023 g.
 17. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme “Ekogidrokontrol' – 2021”, tretiy etap. Kod uchastnika 232. 2021 g.
 18. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme “Ekogidrokontrol' – 2022”, tretiy etap. Kod uchastnika 110. 2022 g.
 19. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme “Ekogidrokontrol' – 2023”, tretiy etap. Kod uchastnika 96. 2023 g.
 20. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme “Ekogidrokontrol' – 2024”, tretiy etap. Kod uchastnika 56. 2024 g.
 21. Individual'nyy otchet ob otsenke attestatsionnogo ispytaniya ALMERA IAEA-TEL-2020-04, kod uchastnika 47. 2020 g.
 22. Individual'nyy otchet ob otsenke attestatsionnogo ispytaniya ALMERA IAEA-TERC-2022-02, kod uchastnika 26. 2022 g.
 23. Individual'nyy otchet ob otsenke attestatsionnogo ispytaniya ALMERA IAEA-TERC-2024-01, kod uchastnika 313. 2024 g.
 24. GOST ISO/IEC 17043-2013 “Otsenka sootvetstviya. Osnovnye trebovaniya k provedeniyu proverki kvalifikatsii”.

ЗЕРТХАНААРАЛЫҚ САЛЫСТЫРМАЛЫ СЫНАҚТАРДЫҢ НӘТИЖЕЛЕРІ НЕГІЗІНДЕ ЖҮРГІЗІЛЕТІН ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЗЕРТТЕУЛЕРДІҢ САПАСЫН БАҒАЛАУ

А. И. Меркель*, М. Т. Дюсембаева, А. К. Айдарханова, Ф. Ф. Жамалдинов,
В. В. Колбин, А. Ж. Ташекова, Т. В. Коровикова

ҚР ҰАО РМК «Радиациялық қауіпсіздік және экология институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

** Байланыс үшін E-mail: merkel@nnc.kz*

Мақалада халықаралық стандарттарға, соның ішінде МемСТ ISO/IEC 17025 және ISO/IEC 17043 сәйкес жүргізілетін зертханааралық салыстырмалы сынақтар процесі, сондай-ақ «Радиоэкологиялық зерттеулер орталығы» сынақ орталығының («Радиациялық қауіпсіздік және экология институты» филиалы, бұдан әрі – ҚР ҰАО РМК РҚЭИ) осындай салыстырмалы сынақтарға қатысуы сипатталған. 2020–2024 жылдар аралығында «Агροстандарт СО – ХХІ ғасыр» ЖШС, «Экогидроконтроль» ЖШС және ALMERA (МАГАТЭ) сияқты провайдерлер ұйымдастырған ұлттық және халықаралық салыстырмалы сынақтар бағдарламаларына қатысу тәжірибесі баяндалған. Зертханааралық салыстырмалы сынақтар шеңберіндегі өлшеу құралдары, әдістемелер, нормативтік құжаттар, зерттеу объектілері және анықталатын көрсеткіштер тізімі ұсынылған.

Ерекше назар Сынақ орталығы алған сынақ нәтижелеріне және оларды провайдерлер белгілеген нормаларға сәйкестігі дәрежесін анықтауға мүмкіндік беретін $|Z|$ статистикалық көрсеткіші арқылы талдауға аударылды. Зертханааралық салыстырмалы сынақтарға қатысу Сынақ орталығына өз құзіреттілігін растауға ғана емес, сонымен қатар нәтижелердің сәйкес келуін, калибрлеу кезіндегі қайта өндіруге қабілеттілігін тексеруге, сондай-ақ өлшеу әдістеріне, персоналдың біліктілігіне немесе жабдықты калибрлеуге қатысты мәселелі аймақтарды анықтауға мүмкіндік береді. Салыстыру нәтижелері Сынақ орталығы жұмысының дәлдігі мен сенімділігін көрсетті, бұл радиоэкология және химиялық талдау саласында сынақ әдістерін дұрыс қолдану мен біліктіліктің жоғары деңгейін растайды.

Түйін сөздер: зертханааралық салыстырмалы сынақтар, зертханааралық салыстырулар, сынақ сапасын бағалау, аккредиттеу зертханасының құзіреттілігі, нәтижелердің тиімділігі.

ASSESSMENT OF IN VITRO RESEARCH QUALITY BASED UPON INTERLABORATORY COMPARISON TESTS

A. I. Merkel*, M. T. Dyusembayeva, A. K. Aidarkhanova, F. F. Zhamaldinov,
V. V. Kolbin, A. Zh. Tasheкова, T. V. Korovikova

Branch “Institute of Radiation Safety and Ecology” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

** E-mail for contacts: merkel@nnc.kz*

The article describes the process of interlaboratory comparison tests conducted pursuant to the international quality standards including GOST ISO/IEC 17025 and ISO/IEC 17043, as well as the participation of the Test Center “Center for Radioecological Research” (branch office “Institute of Radiation Safety and Ecology” (hereinafter referred to as IRSE of RSE NNC RK) in such comparison tests. The participation experience in the national and international comparison test programs arranged by such providers as ‘TC Agrostandart – XXI century’ Ltd, ‘Ekogidrokontrol’ Ltd and ALMERA (IAEA) is also described 2020 through 2024. Measurement means, procedures, regulatory documents and a list of research objects and indicators to be determined are presented within the scope of interlaboratory comparison tests.

Particular attention was paid to measurements obtained by the Test Center and their analysis by means of a statistical $|Z|$ -score, which allows for the determination of the conformity degree of results and providers’ established standards. The participation in interlaboratory comparison tests makes it possible for the Test Center not only to prove its competence but also verify the result repeatability, calibration reproducibility and to reveal problem areas associated with measurement techniques, personnel’s qualifications or equipment calibration. The intercomparison measurements have demonstrated the accuracy and operational robustness of the Test Center, which proves the qualification and correct application of the test techniques in the field of radioecology and chemical analysis.

Keywords: interlaboratory comparison tests, intercomparisons, assessment of the test quality, accredited laboratory’s competence, result efficiency.