

## **Межлабораторные сличительные испытания - эффективный способ контроля качества измерений**

Л.А. Карпюк к.х.н., директор метрологического отделения,  
ОАО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт  
неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара»

### **Аннотация**

**В соответствии с ФЗ от 26.06.2009 г. № 102 «Об обеспечении единства измерений» в Госкорпорации «Росатом» создана метрологическая служба, которая действует в соответствии с утвержденным Положением. На протяжении последних 25 лет функции Центральной головной организации метрологической службы Госкорпорации «Росатом» (ЦГОМС) выполняет метрологическое отделение ОАО «ВНИИНМ».**

**Деятельность ЦГОМС Госкорпорации «Росатом» направлена на обеспечение достоверности и точности проводимых измерений в атомной отрасли. Для достижения данной цели применяются различные метрологические инструменты, одним из которых являются межлабораторные сличительные испытания (МСИ).**

Для атомной отрасли характерна высокая степень автоматизации производства и насыщенность предприятий сложными измерительными приборами, контрольными установками, системами, комплексами. От качества и состояния контрольно-измерительных процедур зависит качество измерительной информации, а, следовательно, и качество продукции.

В настоящее время качество играет ключевую роль в обеспечении конкурентоспособности и устойчивого развития. Эксплуатационная безопасность продукции является составной частью свойств, характеризующих качество продукции. Применительно к атомной отрасли, где вопросы безопасности имеют приоритетное значение, соотношение между безопасностью и качеством носит такой характер, когда определяющим является безопасность, а качество – одним из факторов, определяющим ее уровень.

Качество строительства - важная проблема, включающая в себя соблюдение требований строительных норм и правил, государственных стандартов всеми участниками строительного процесса, что является залогом долговечности и эксплуатационной надежности возведенных зданий и сооружений, их экологической чистоты, безопасности для людей и, в конечном счете, экономичности при эксплуатации. Строительство

объектов использования атомной энергии сопряжено с проведением контроля большого количества параметров, достоверность при определении которых важна как на стадии изыскательных работ, так и в процессе эксплуатации.

В этих условиях особое значение приобретают сохранение высочайшей технологической дисциплины, обеспечение объективного контроля характеристик продукции, параметров и режимов технологических процессов, обеспечение контроля ядерной, радиационной и общепромышленной безопасности.

Одним из средств выполнения этих условий является метрологическое обеспечение. В арсенале метролога имеются различные инструменты: стандартные образцы, аттестованные методики измерений, оценка состояния измерений в лабораториях, метрологическая экспертиза и ряд других, в том числе и межлабораторные сличительные испытания.

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ) включают в себя организацию, проведение измерений и оценку их результатов на специально подобранных шифрованных образцах в нескольких лабораториях в соответствии с предварительно заданными условиями.

Одной из главных задач МСИ является выявление проблем в лабораториях и проведение корректирующих действий для обеспечения единства измерений. МСИ являются наиболее рациональным инструментом, позволяющим оценить достоверность результатов, полученных в каждой отдельной лаборатории, и дающим наглядное представление о реальной точности методик измерений в целом.

Также МСИ могут применяться для:

- определения способности отдельных лабораторий проводить специальные (арбитражные) измерения;
- установления эффективности и сопоставимости новых методов испытаний и измерений;
- обеспечения дополнительного доверия у заказчиков лаборатории;
- определения наиболее компетентных лабораторий;
- использования результатов при установлении аттестованных значений стандартных образцов;
- аттестации методик измерений (МВИ).

Кроме этого регулярное участие в МСИ – обязательное условие для признания деятельности аккредитованной лаборатории соответствующей требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

Организация и проведение МСИ состоит из нескольких этапов. В самом общем случае координатор МСИ создает контрольные образцы (КО) и рассылает их на предприятия – участники программы. Лаборатории данных предприятий проводят измерения образцов в соответствии с заданием на измерения и высылают результаты координатору. Координатор проводит анализ полученных результатов с применением различных статистических моделей. По результатам МСИ лабораториям предлагаются корректирующие действия для устранения выявленных систематических погрешностей и обеспечения единства измерений. Могут быть и другие схемы проведения МСИ. Например, при неразрушающих методах измерений возможна передача одного и того же образца из лаборатории в лабораторию.

В мировой практике в области использования атомной энергии межлабораторные сличения проводятся на постоянной основе. В частности по поручению Управления наук Министерства энергетики США Нью-Брунсуикская лаборатория ежегодно проводит оценку качества результатов измерений в системе учета ядерных материалов в лабораториях Министерства энергетики. Количество измеряемых параметров может достигать 10 в год – как правило измерений массовой доли и изотопного состава урана и плутония в объектах с различным химическим составом.

Под эгидой Международного агентства по атомной энергетике (МАГАТЭ) также постоянно проводятся МСИ по определению тяжелых металлов, различных изотопов, галогенов, пестицидов и ряда других веществ. Участие в МСИ осуществляется на основе заявок от измерительных лабораторий.

В российской атомной отрасли проведение программ МСИ не носит постоянный характер. Так например, в настоящее время лаборатории предприятий Госкорпорации «Росатом» принимают участие в межлабораторных сличительных испытаниях, проводимых преимущественно институтами Росстандарта и касающихся в основном объектов охраны окружающей среды. Также Радиевый институт им. В.Г. Хлопина проводит МСИ в области ионизирующих излучений. Очевидно, что данные программы не охватывают все виды измерений, проводимые в лабораториях предприятий Госкорпорации «Росатом».

Для исправления сложившейся ситуации специалистами ОАО «ВНИИНМ» был предпринят ряд действий. В частности в 2011 году были разработаны методические указания и типовая программа проведения МСИ в лабораториях атомных электростанций (АЭС) с реакторной установкой типа РБМК (реактор большой мощности канальный). В том же году были проведены МСИ в лабораториях Смоленской АЭС для оценки качества измерений контурных вод по 10 параметрам с использованием 12 методик измерений. В

2012 году была проведена аналогичная программа на всех АЭС с реакторной установкой типа РБМК – Курской, Смоленской и Ленинградской. Большинство полученных результатов являлись удовлетворительными в границах заявленных погрешностей, тем не менее были выявлены некоторые проблемы и сделаны рекомендации по улучшению качества измерений.

Проведение двух программ МСИ на Смоленской АЭС с разницей в один год показало эффективность внедрения данного инструмента. На рисунке 1 представлены результаты измерений по одному из контролируемых параметров – железо, определяемое колориметрическим методом с О-фенантролином. В верхней части рисунка представлены результаты 2011 года, в нижней – 2012 г. Из рисунка видно, что после проведения первого круга МСИ качество измерений повысилось. Аналогичный вывод может быть сделан и по остальным параметрам.

На диаграмме приняты следующие обозначения:

$X_{срi}$  - среднее значение (результат анализа)  $i$ -той лаборатории;

$\epsilon$  - случайная составляющая погрешности среднего результата анализа;

ОК - аттестованное значение содержания ионов железа в контрольном образце;

$\pm \Delta_{ок}$  - погрешность аттестованного значения содержания ионов железа в контрольном образце.

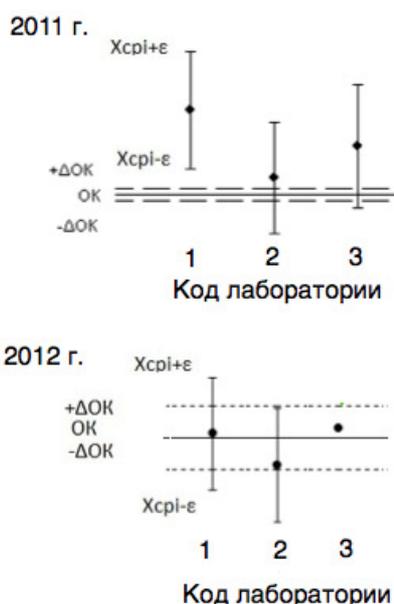


Рис. 1. Результаты измерений железа колориметрическим методом с О-фенантролином.

Также предприятия отрасли принимают участие в МСИ в области измерений для целей учета и контроля ядерных материалов. ОАО «ВНИИНМ» является координатором этих программ. В 2012 году были завершены МСИ по определению массовой доли и изотопного состава урана, в которых приняли участие 23 лаборатории 12 предприятий атомной отрасли (ОАО «УЭХК», ОАО «ЧМЗ», ОАО «МСЗ», ОАО «СХК», ФГУП «ПО МАЯК», ФГУП «НИИ НПО Луч», ФГУП «НПО Радиевый институт», ОАО «НЗХК», ФГУП «ГХК», ОАО «ПО ЭХЗ», ОАО «АЭХК» и ОАО «НИИАР»). Результаты определения изотопного состава урана показали наличие проблем в измерении малых изотопов, однако в некоторых лабораториях были выявлены проблемы даже при измерении изотопа  $U^{235}$ . Сравнение значений заявленных лабораториями характеристик погрешности с фактически полученными при измерениях выявило в некоторых случаях необходимость переаттестации используемых методик измерений [1].

При определении массовой доли урана (рисунок 2) практически все лаборатории успешно прошли испытания и получили удовлетворительные результаты.

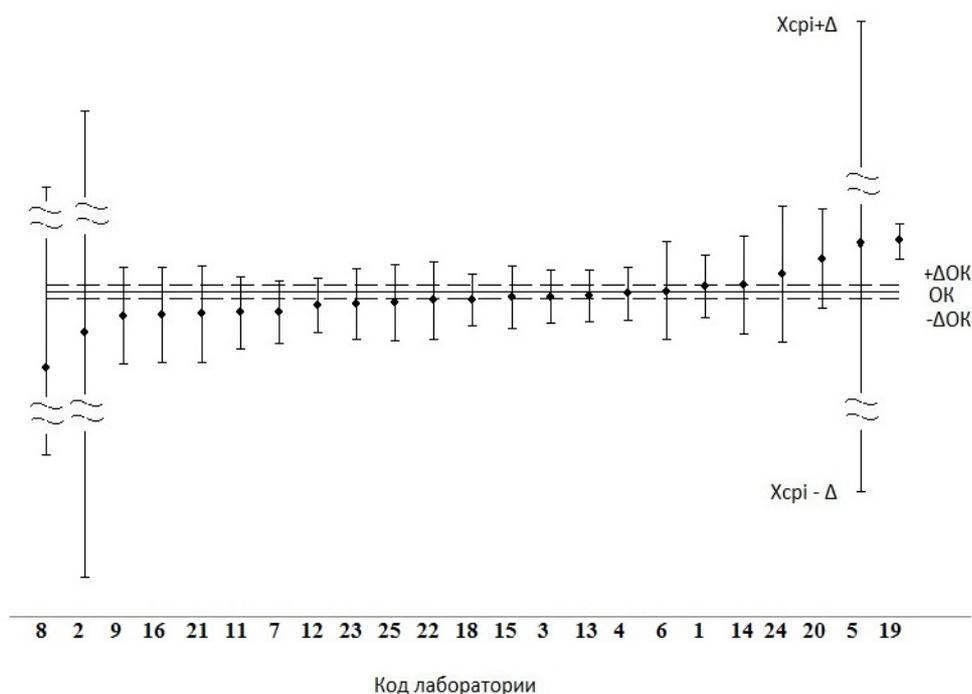


Рис.2. Статистическое распределение результатов МСИ по определению массовой доли урана в контрольном образце  $U_3O_8$ . ( $\Delta$  – общая погрешность среднего результата анализа).

При определении массовой доли урана лаборатории применяли 6 различных методов. Общая погрешность трех результатов, полученных с использованием ферро-фосфатно-ванадатного метода (лаборатории 2, 5 и 8), существенно превысила коридор погрешности контрольного образца, что свидетельствует о невысокой точности данного

метода. Тем не менее, формально данные результаты могут считаться удовлетворительными, ввиду того, что с учетом погрешности методики полученный результат перекрыл аттестованное значение контрольного образца. В подобной ситуации у лабораторий может возникнуть соблазн заявить большую погрешность измерений, чтобы заведомо перекрыть аттестованное значение контрольного образца. Чтобы этого не происходило иностранные коллеги ввели такой инструмент как международные целевые показатели точности (МЦП) (international target values). МЦП – целевые значения для компонентов случайной и систематической погрешностей, превышение которых лабораториями участниками МСИ считается недопустимым. В случае превышения МЦП результат лаборатории считается неудовлетворительным.

Эти показатели формируются МАГАТЭ для различных видов измерений на основании результатов международных МСИ и пересматриваются каждые 10 лет [2]. Международные целевые показатели находятся на границе результатов, полученных лабораториями-участниками МСИ и результатов, полученных арбитражными лабораториями в идеальных условиях (рисунок 3). Целевые показатели выпускаются в виде отдельного документа и являются одним из инструментов для оценки результатов МСИ.

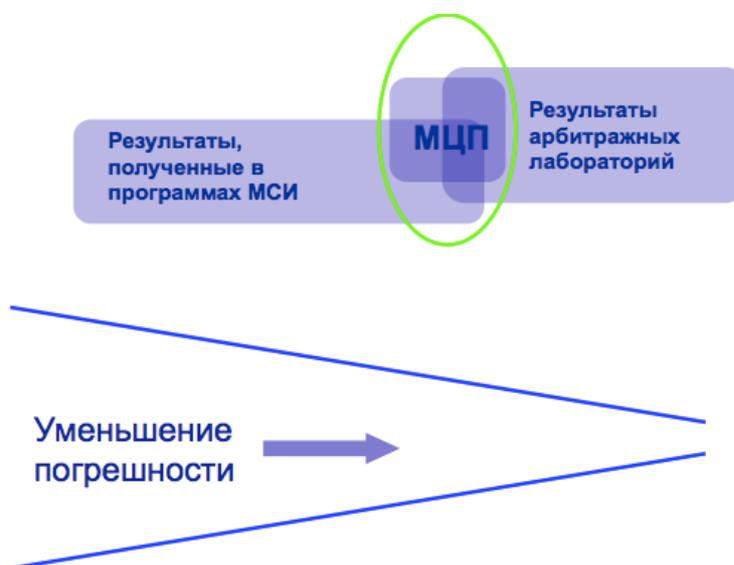


Рис.3. Схема определения международных целевых показателей.

Результаты МСИ 2012 года по определению массовой доли урана показали, что точностные характеристики результатов измерений во многих лабораториях российской атомной отрасли не хуже, а порой даже лучше МЦП (рисунок 4).



Рис.4. Сравнение точностных характеристик результатов измерений массовой доли урана, полученных в лабораториях предприятий Госкорпорации «Росатом», с МЦП.

Таким образом, и мировой опыт, и наши внутренние проведенные программы МСИ подтверждают эффективность и необходимость внедрения такого инструмента как МСИ на постоянной основе.

Однако для успешного внедрения МСИ нужно несколько составляющих.

Необходимо наличие пакета нормативных документов, определяющего порядок и содержание работ по проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний.

Данные документы должны устанавливать основные требования к организации и проведению МСИ в лабораториях предприятий Госкорпорации «Росатом». В документах должны быть регламентированы:

- процедура проведения МСИ от стадии разработки программы до стадии обработки результатов;
- процедуры подбора и оценки компетенций координаторов МСИ,
- требования к образцам для контроля и порядок их создания,
- единый алгоритм обработки полученных результатов и оценки результатов МСИ,
- процедура использования результатов МСИ при аккредитации лабораторий,
- процедура использования программ МСИ для аттестации стандартных образцов и методик измерений.

В настоящее время разработано Положение об организации и проведении межлабораторных сличительных испытаний на предприятиях государственной

корпорации по атомной энергии «Росатом». В нем определены порядок и содержание работ по проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний с использованием образцов для контроля.

На стадии разработки Положение было направлено на ряд предприятий отрасли, в результате чего было получено большое количество предложений и дополнений. В настоящее время Положение утверждено руководством Госкорпорации «Росатом». Остальные документы находятся на стадии разработки.

Вторая необходимая для успешного внедрения программ МСИ в атомной отрасли составляющая - это формирование правильного восприятия программ МСИ у специалистов предприятий отрасли. Большинство организаций рассматривают проведение МСИ как проверочные, контролирующие действия со стороны вышестоящей организации, в результате чего МСИ воспринимаются негативно и при возможности отказа от участия лаборатории предпочитают остаться в стороне. Однако необходимо помнить, что основной целью МСИ является выявление проблем при проведении измерений и их устранение, а как следствие - улучшение качества проводимых в лаборатории измерений, что эквивалентно повышению качества производимой продукции, а для атомной отрасли и безопасности ее эксплуатации. Важным моментом является правило соблюдения конфиденциальности: при проведении программы МСИ лабораториям присваиваются кодовые номера, которые известны только координатору и самой лаборатории.

Со следующего года в Госкорпорации «Росатом» планируется ежегодное проведение программ МСИ. Предварительно был проведен анализ с целью определения основных измерений, проводимых в отрасли. В результате этого была составлена анкета, содержащая порядка 40 объектов измерений и более 100 параметров. Анкета была разослана на предприятия атомной отрасли, собраны отзывы и определены те параметры, которые интересуют наибольшее количество предприятий. Наибольшее количество заявок от предприятий было получено по контролю содержания примесей в воде, что было вполне ожидаемым, так как чистоту воды контролируют на всех предприятиях атомной отрасли. На втором месте по количеству заявок находятся ядерные материалы, следом за ними – конструкционные (таблица 1).

Таблица 1

**Планируемые программы МСИ на предприятиях Госкорпорации «Росатом»**

<b>Год</b>	<b>Объект контроля</b>	<b>Определяемый показатель</b>
2014	Природная, сточная, контурная вода, грунтовые воды	АПАВ, анионы, катионы, жесткость общая, сухой остаток
2015	Ядерные материалы	Массовая доля урана, металлические примеси
2016	Стали и сплавы	Никель, Хром, Марганец,

		Молибден, Медь, Титан, Кремний, Фосфор, Сера, Кремний, Хром, Марганец, Никель, Медь, Ванадий, Молибден, Ниобий
--	--	---

Таким образом, запланировано постоянное проведение программ МСИ на предприятиях Госкорпорации «Росатом», что при реализации этих планов позволит выявлять общие проблемы для предприятий и оперативно их устранять. В результате этого удастся скоординировать взаимоотношения «поставщик- потребитель», повысить качество измерений в отрасли и как следствие качество и безопасность выпускаемой продукции.

#### Список литературы

1. Л.А. Карпюк, И.М. Максимова, Е.И. Жомова, В.Б. Горшков, В.В. Лесин Результаты первых межлабораторных сличительных испытаний урановых контрольных образцов. Вопросы атомной науки и техники. Сер. Материаловедение и новые материалы. 2012, вып. 2-(73), с 203-210.
2. International Target Values 2010 for Measurement Uncertainties in Safeguarding Nuclear Materials Vienna, November 2010.