

Перспектива развития межлабораторных сличительных испытаний в атомной отрасли

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 критерием является безопасность, а качество – это один из факторов, влияющих на её уровень. В таких условиях особое значение приобретают сохранение высочайшей технологической дисциплины, обеспечение объективного контроля характеристик продукции, параметров и режимов технологических процессов, а также ядерной, радиационной и общепромышленной безопасности.

Одним из средств выполнения этих условий служит метрологическое обеспечение. В арсенале метролога имеются различные инструменты: стандартные образцы, аттес-

Л.А. Карпюк,

кандидат химических наук

ОАО «ВНИИНМ»

им. акад. А.А. Бочвара, Москва

Ключевые слова: атомная отрасль; качество продукции; метрологическое обеспечение; межлабораторные сличительные испытания; международные целевые показатели точности

тованные методики измерений, оценка состояния измерений в лабораториях, метрологическая экспертиза и ряд других, в том числе и межлабораторные сличительные испытания (МСИ). МСИ включают в себя организацию, проведение измерений и оценку их результатов на специально подобранных шифрованных образцах в нескольких лабораториях в соответствии с предельно заданными условиями. Одна из главных задач МСИ – 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 признания соответствия деятельности аккредитованной лаборатории требованиям ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

Деятельность по организации и проведению МСИ состоит из нескольких этапов. В самом об-

щем случае координатор МСИ создаёт 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 анализирует полученные результаты с применением различных статистических моделей. По результатам МСИ лабораториям предлагаются корректирующие действия для устранения выявленных систематических погрешностей и обеспечения единства измерений. Могут применяться 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-Брунswickская лаборатория ежегодно проводит оценку качества результатов измерений в системе учёта ядерных материалов в лабораториях Министерства энергетики. Количество измеряемых параметров может достигать 10 в год: как правило, это измерения 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 тяжёлых 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

постоянного характера. 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 “ВНИИИМ” был предпринят ряд действий. В частности в 2011 г. 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 проведены МСИ в лабораториях Смоленской АЭС для оценки качества измерений контур-

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

ПЕРСПЕКТИВА РАЗВИТИЯ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ В АТОМНОЙ ОТРАСЛИ

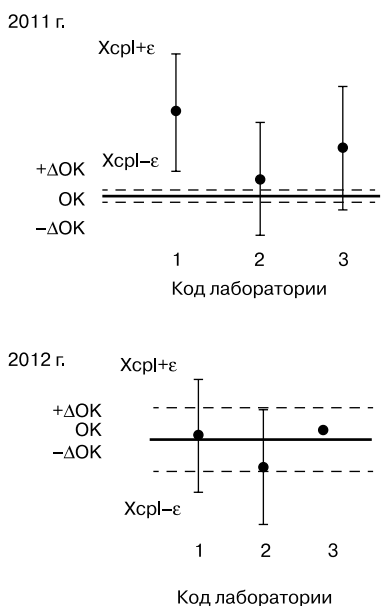


Рис. 1
Результаты измерений железа колориметрическим методом с О-фенантролином: X_{cp} – среднее значение (результат анализа) i -й лаборатории; ϵ – случайная составляющая погрешности среднего результата анализа; ОК – аттестованное значение содержания ионов железа в контрольном образце; $\pm\Delta_{OK}$ – погрешность аттестованного значения содержания ионов железа в контрольном образце

ных вод по 10 параметрам с использованием 12 методик измерений. В 2012 г. выполнена аналогичная программа МСИ на всех АЭС (Курской, Смоленской и Ленинградской) с реакторной установкой типа РБМК. Большинство полученных результатов оказались удовлетворительными в границах заявленных погрешностей, тем не менее были выявлены некоторые проблемы и сделаны рекомендации по улучшению качества измерений.

Проведение 2 программ МСИ на Смоленской АЭС с разницей в год показало эффективность внедрения данного инструмента. На рис. 1 представлены результаты измерений по одному из контролируемых параметров – железу, определяемому колориметрическим методом с О-фенантролином. В верх-

ней части рисунка представлены результаты 2011 г., в нижней – 2012 г. Видно, что после проведения 1-го круга МСИ качество измерений повысилось. Аналогичный вывод может быть сделан и по остальным параметрам.

Также предприятия отрасли принимают участие в МСИ в области измерений для целей учёта и контроля ядерных материалов. ОАО “ВНИИНМ” является координатором этих программ. В 2012 г. завершены МСИ по определению массовой доли и изотопного состава урана, в которых приняли участие 23 лаборатории в составе 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 при измерении малых изотопов, однако в неко-

торых лабораториях были выявлены проблемы даже в ходе измерений 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 (рис. 2) практически все лаборатории успешно прошли испытания и получили удовлетворительные результаты.

Для определения массовой доли урана применялись 6 различных методов. Общая погрешность 3 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 (см. рис. 2). Тем не менее формально данные результаты могут считаться удовлетворительными, ввиду того что с учётом погрешности методики полу-

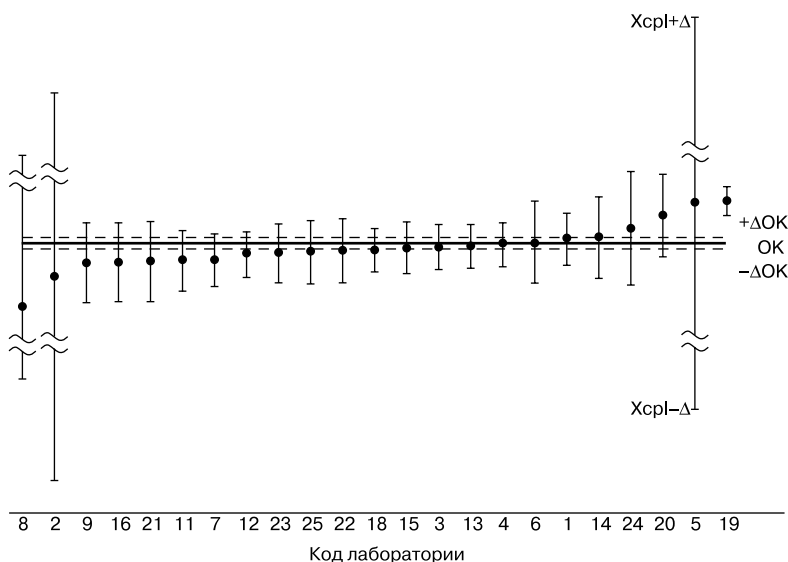


Рис. 2
Статистическое распределение результатов МСИ по определению массовой доли урана в контрольном образце U_3O_8 (Δ – общая погрешность среднего результата анализа)

ченный 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) (англ. international target values), т. е. целевые значения для компонентов случайной и систематической погрешностей, превышение которых лабораториями – участниками МСИ считается недопустимым. В случае превышения МЦП результат лабо-

ратории объявляется 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 (рис. 3). Целевые показатели публикуются в виде отдельного документа и являются одним из инструментов оценки результатов МСИ.

Результаты прошедших в России в 2012 г. МСИ по определению массовой доли урана показали, что точностные характеристики результатов измерений во многих лабораториях российской атомной отрасли не хуже, а порой даже лучше, МЦП (рис. 4). Таким образом, и мировой опыт, и результаты анализа проведения внутренних программ МСИ подтверждают эффективность и необходимость внедрения на постоянной основе такого инструмента, как МСИ.

Однако успешное внедрение МСИ возможно при выполнении ряда условий. В первую очередь,

Точностные характеристики результатов измерений во многих лабораториях российской атомной отрасли не хуже, а порой даже лучше, МЦП

необходимо наличие пакета нормативных документов, определяющих 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” и регламентировать:

- процедуру проведения МСИ от стадии разработки программы до стадии обработки результатов;
- процедуру подбора и оценки компетенций координаторов МСИ;
- требования к образцам для контроля и порядка их создания;
- единый алгоритм обработки полученных результатов и оценки результатов МСИ;

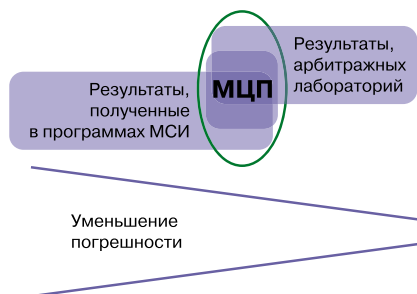


Рис. 3
Схема определения международных целевых показателей

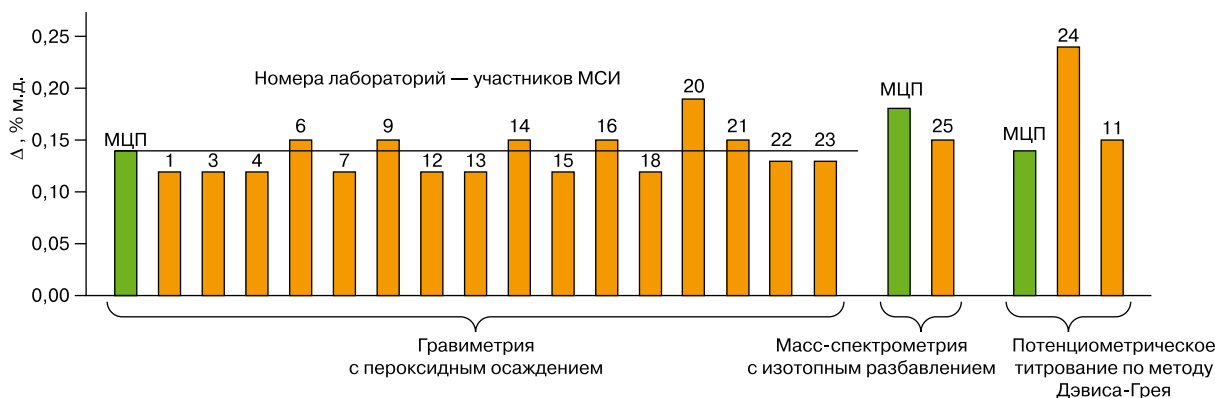


Рис. 4
Сравнение точностных характеристик результатов измерений массовой доли урана, полученных в лабораториях предприятий Госкорпорации “Росатом”, с МЦП

ПЕРСПЕКТИВА РАЗВИТИЯ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ В АТОМНОЙ ОТРАСЛИ

Основная цель МСИ – выявление и устранение проблем при проведении измерений и, как следствие, улучшение качества проводимых в лаборатории измерений, что для атомной отрасли эквивалентно повышению безопасности эксплуатации производимой продукции

– процедуру использования результатов МСИ при аккредитации лабораторий;

– процедуру 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 нём 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 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, контролирующиеся 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 её эксплуатации. Важным правилом является соблюдение 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 выполнен анализ с целью определения основных измерений, проводимых в отрасли. В результате этого составлена анкета, включающая порядка 40 объектов измерений и более 100 параметров. Анкету разослали на предприятия атомной отрасли. По итогам анкетирования 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, т.к. чистоте воды контролируют на всех предприятиях атомной отрасли. На 2-м месте по количеству заявок находятся ядерные материалы, следом за ними идут конструкционные материалы.

Таким образом, запланировано (см. таблицу) постоянное проведение программ МСИ на предприятиях Госкорпорации “Росатом”, что при условии реализации этих планов позволит выявлять общие для предприятий проблемы и оперативно их устранять. В результате удастся скоординировать связи “поставщик – потребитель”, повысить качество измерений в отрасли и, как следствие, качество и безопасность выпускаемой продукции.

Планируемые программы МСИ на предприятиях Госкорпорации “Росатом”

Год	Объект контроля	Определяемый показатель
2014	Природная, сточная, контурная вода	АПАВ (анионоактивные поверхностно-активные вещества), анионы, катионы, жёсткость 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

Литература

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