

Система измерений в государственном учёте и контроле ядерных материалов

Государственный учёт и контроль ядерных материалов включает в себя сбор, регистрацию и анализ информации о количестве, качественном составе и перемещении ядерных материалов (ЯМ). В соответствии с действующим в Госкорпорации «Росатом» порядком в области учёта и контроля ядерных материалов (УиК ЯМ) устанавливается требование наличия в организациях программы измерений и программы контроля качества измерений, назначения ответственных за обеспечение системы измерений для целей УиК ЯМ.

Специфические требования системы УиК ЯМ нашли отражение в формировании требований к различным элементам системы. Так,

средства измерений (СИ) являются одним из основных элементов системы измерений. Требования к СИ предъявляются в зависимости от уровня (учётные или подтверждающие измерения), на котором они применяются. СИ, применяемые для учётных измерений, должны пройти испытания в целях утверждения типа. При проведении подтверждающих измерений в качестве СИ допускается использовать нестандартное, в том числе и импортное, оборудование. Это связано с тем, что целью проведения подтверждающих измерений является не определение количественных характеристик, а подтверждение с заданной степенью достоверности того, что данные ха-

В.Б. Горшков

Г.Е. Новиков

Госкорпорация «Росатом», Москва

Ключевые слова: государственное регулирование обеспечения единства измерений; учёт и контроль ядерных материалов; средства измерений; учётные измерения; подтверждающие измерения; поверка; калибровка; методика (метод) измерений; оценка погрешности пробоотбора; инвентаризационная разница; оценка безвозвратных потерь

рактические характеристики не отличаются от декларированных более чем на определённую величину. Вместе с проверкой в системе измерений УиК ЯМ вводится возможность проведения калибровки СИ.

Методики (методы) измерений, используемые для целей УиК ЯМ, должны быть аттестованы метрологической службой, аккредитованной на данный вид деятельности. Погрешность результата измерений определяемой количественной характеристики ЯМ, заложенная в методике (метод) измерений, не должна превышать некоторую заданную величину. В качестве такой предельной величины можно использовать значение, приближенное к рекомендованным международным целевым значениям, либо величину, полученную по результатам анализа погрешности инвентаризационной разности.

Методика (метод) измерений должна содержать раздел, описывающий процедуру проведения внутреннего оперативного контроля качества измерений. В программе измерений указываются СИ, методики (методы) измерений и стандартные образцы (СО), применяемые для каждой ключевой точки измерений в организации:

- перечень методик выполнения учётных и подтверждающих измерений, проводимых в зоне баланса ядерного материала;
- перечень процедур проверки атрибутивных признаков;
- перечень СИ, применяемых при измерениях ЯМ;
- перечень применяемых СО;
- перечень процедур пробоотбора, используемых при проведении измерений;
- сведения об объёме и периодичности проведения измерений в целях УиК ЯМ;

– сведения о погрешности измерений характеристик ЯМ;

– сведения о формах регистрации результатов измерений.

Одним из самых важных и наиболее сложных вопросов при организации измерений в системе УиК ЯМ является оценка погрешности пробоотбора и безвозвратных потерь. Методических документов по этим направлениям до сих пор нет. Проблема заключается в том, что необходимо разработать методики расчёта, которые можно реально применить и которые будут востребованы пользователями, а не просто алгоритмы, которые могут быть безупречны с точки зрения математики, но при этом неприменимы на практике.

Погрешность пробоотбора – это отклонение истинного (действительного) значения измеряемой величины в пробе ядерного материала (или в выборке учётных единиц) от истинного (действительного) значения этой величины в объекте контроля, от которого отобрана проба. Для страт неоднородных ЯМ должны быть определены и аттестованы погрешность пробоотбора и, соответственно, составляющая дисперсии в задаче оценки значимости инвентаризационной разности (ИР), обусловленная пробоотбором. Погрешность пробоотбора относится к случайной составляющей погрешности, и её дисперсия суммируется с другими составляющими. Следует иметь в виду, что погрешность пробоотбора возможно была учтена в случайной составляющей методики (метода) измерений при её аттестации, и тогда нет необходимости в отдельном определении этой составляющей погрешности.

Вопрос учитывать или не учитывать погрешность пробоотбора дол-

жен решаться индивидуально для каждой из применяемых методик (методов) измерений в зависимости от того, как набирался статистический материал при её аттестации. Например, масс-спектрометрические методики (методы) измерений аттестованы без учёта погрешности пробоотбора, а большинство фотометрических методик (методов) измерений – с учётом погрешности пробоотбора.

Основными источниками погрешности пробоотбора являются:

- гетерогенность исследуемого материала;
- влияние стратегии пробоотбора (например, случайная выборка, послонная случайная выборка, пропорциональная выборка и т. д.);
- влияние движения объёма среды (например, разделение по плотности);
- физическое состояние материала (твёрдое, жидкость, газ);
- влияние температуры и давления;
- загрязнение, стабильность состояния пробы;
- влияние процесса пробоотбора на состав отбираемой пробы (например, адсорбция на частях пробоотборника);
- транспортировка, хранение, консервация пробы.

Погрешность пробоотбора имеет смысл устанавливать только для стабильных технологических процедур по обращению с ЯМ, в противном случае её установление не имеет смысла. Значение погрешности пробоотбора оценивают в результате специального эксперимента и применяют во всех последующих инвентаризациях до того, как появятся основания для пересмотра этой оценки.

Отбор проб для оценки погрешности проводится следующим об-

разом. От всей массы материала случайным образом отбирают I проб массой, которая регламентирована в соответствующей методике измерений. Число отбираемых проб I и число параллельных измерений J устанавливают аналогично алгоритму по ГОСТ 8.531 [1] в зависимости от значения величины отношения $\Delta_{\text{доп}} / \sigma(\Delta) = Q$, где $\Delta_{\text{доп}}$ – интервальная оценка погрешности пробоотбора.

Для вычисления оценки дисперсии σ_n^2 находятся суммы квадратов отклонений результатов измерений y внутри проб и между пробами арифметическими по пробам:

$$\overline{SS}_I = \frac{1}{I(J-1)} \times \sum_{i=1}^I \sum_{j=1}^J (y_{ij} - y_{i*})^2, \quad (1)$$

$$\overline{SS}_n = \frac{J}{I-1} \times \sum_{i=1}^I (y_{i*} - y_{**})^2, \quad (2)$$

где $y_{i*} = \frac{1}{J} \times \sum_{j=1}^J y_{ij}$, $y_{**} = \frac{1}{I} \times \sum_{i=1}^I y_{i*}$.

Оценка компонент дисперсии вычисляется из следующих уравнений:

$$\overline{SS}_i = J \times \sigma_i^2 + \sigma_l^2, \quad (3)$$

$$\overline{SS}_I = \sigma_l^2, \quad (4)$$

из которых следует, что

$$\sigma_i^2 = \frac{1}{J} \times (\overline{SS}_i - \overline{SS}_I), \quad (5)$$

$$\sigma_l^2 = \overline{SS}_I. \quad (6)$$

Полученные оценки σ_n^2 и σ_l^2 справедливы при любом законе распределения погрешности, т.к. для их вывода не требуется конк-

ретных знаний о законе распределения, кроме самых общих: распределение непрерывное, одномерное, σ_n и σ_l независимы.

При оценке допустимых границ ИР используется значение её дисперсии. Полученная оценка $\sigma_n^2 = \sigma_{\text{ИР}}^2$ может быть использована в уравнении дисперсии ИР как одна из её составляющих.

Существует ещё один алгоритм оценки погрешности пробоотбора. При этом к задаче оценки погрешности пробоотбора можно подойти аналогично решению задачи оценки погрешности от влияющего фактора. Наиболее часто исследуют влияние фактора при его граничных значениях, т.е. оценивают погрешность при номинальном (среднем) значении влияющего фактора, максимальном и минимальном значениях.

В данном случае следует измерить A_{min} – массовую долю ЯМ в представительной пробе или в представительной выборке, проведя n параллельных определений (если ЯМ, из которого берут пробу, представляет собой балк-материал) или проанализировав n учётных единиц (если для анализа берут ЯМ в виде учётной единицы (УЕ)). Затем массу представительной пробы или объём представительной выборки следует увеличить в 10 раз и провести $m = 10n$ параллельных определений массовой доли ЯМ в увеличенной выборке – A_{max} . Все измерения следует проводить в одинаковых условиях при фиксированных значениях остальных влияющих факторов.

Вычисляют значения

$$A_{\text{min}} = \frac{\sum_{i=1}^n A_{\text{min},i}}{n}, \quad (7)$$

$$A_{\text{max}} = \frac{\sum_{i=1}^m A_{\text{max},i}}{m}. \quad (8)$$

Целесообразно предположить, что погрешность пробоотбора распределена по равномерному закону. Интервальной характеристикой такой погрешности является полуширина интервала (θ_ϕ), в котором она находится (без учёта погрешности измерений), определяемая по формуле

$$\theta_\phi = \frac{|A_{\text{max}} - A_{\text{min}}|}{2}, \quad (9)$$

$$\sigma_{\text{пробоотбора}}^2 = \theta_\phi^2 / \sqrt{3}. \quad (10)$$

Эти величины можно установить только экспериментальным способом путём постановки специального эксперимента.

Оценка безвозвратных потерь тесно связана с так называемой “проблемой нуля”. Дело в том, что при подсчёте ИР её значение часто сравнивают с нормой потерь, которые установлены для каждой контрольной точки измерений. В случае если ИР меньше нормы, её значение списывают на безвозвратные потери, в результате чего ИР становится равной нулю. Но при этом забывают, что нормы эти – предельно допустимые значения, а не реально существующие на данный момент времени потери.

В соответствии с программой качества измерений для целей УиК ЯМ в организации должны быть установлены процедуры проведения внутреннего контроля качества измерений. Помимо этого устанавливается обязательное требование по проведению оценки состояния измерений в лабораториях. В соот-

ветствии с приказом Госкорпорации “Росатом” от 23.12.2011 № 1/1114-П ежегодно проводится процедура оценки состояния измерений в лабораториях организаций Госкорпорации “Росатом”.

Специфика измерений ЯМ, а именно затруднения с транспортировкой объектов измерения, трудности передачи ЯМ от одного предприятия к другому, часто повышенная секретность по отношению к объектам измерения, привели к невозможности использования существующих методических разработок для метрологического обеспечения этого вида измерений, в част-

ности, не подходят ГОСТ ИСО 5725 [2], ГОСТ Р 532 [3] и др., т.е., по просту говоря, все алгоритмы оценки метрологических характеристик, связанные с межлабораторными работами (но и документ РМГ-61 [4], содержащий некорректные допущения, тоже не годится). По этим причинам за последние 15 лет для данного вида измерений фактически была разработана и внедрена своя подсистема обеспечения единства, нашедшая выражение в пакете нормативных и методических документов [5–12]. Труд этот не закончен: в настоящее время создаётся уникальная концепция использования

результатов внутреннего контроля качества измерений для оценки значимости ИР.

Система измерений в УиК ЯМ постоянно совершенствуется и актуализируется. Тот опыт, который накоплен в Госкорпорации “Росатом” в области метрологического обеспечения УиК ЯМ, по нашему мнению, может быть с успехом применён при осуществлении смежных видов деятельности как в области использования атомной энергии, так и в других отраслях.

Литература

1. ГОСТ 8.531-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монокристаллических и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.
2. ГОСТ ИСО 5725-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 1: Основные положения и определения.
3. ГОСТ 8.532-2002. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ.
4. РМГ 61-2010. Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки (введены в действие Приказом Росстандарта от 13.12.2011 № 1064-ст).
5. ГОСТ Р 703-10. ГСИ. Учёт и контроль ядерных материалов. Система измерений. Основные положения.
6. ГОСТ Р 609-2004. ГСИ. Стандартные образцы для учёта и контроля ядерных материалов. Основные положения.
7. ОСТ 95 10571-2002. Учёт и контроль ядерных материалов. Система измерений. Основные положения.
8. ОСТ 95 10596-2005. Учёт и контроль ядерных материалов. Межлабораторная аттестация стандартных образцов при малом количестве лабораторий.
9. ОСТ 95 10597-2005. Учёт и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов методом передачи размера.
10. ОСТ 95 10598-2008. Учёт и контроль ядерных материалов. Типовая программа контроля качества измерений ядерных материалов.
11. ОСТ 95 10599-2009. Учёт и контроль ядерных материалов. Использование стандартных образцов. Порядок присвоения классов.
12. ОСТ 95 10600-2009. Учёт и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов способом образцов-свидетелей.

