

**СТАНДАРТ ОТРАСЛИ**

**Учет и контроль ядерных материалов**

**Типовая программа контроля качества измерений ядерных материалов**

## **Предисловие**

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственной корпорацией по атомной энергии «Росатом»

3 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений», Закона Российской Федерации «Об использовании атомной энергии» и Федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии «Основные правила учета и контроля ядерных материалов»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

## Содержание

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	2
3 Термины и определения .....	3
4 Сокращения .....	7
5 Общие положения .....	8
6 Требования к построению и изложению программы .....	10
6.1 Разделы программы .....	10
6.2 Организационные мероприятия по ККИ .....	10
6.3 Контроль нормативно-методического обеспечения .....	12
6.4 Контроль технического обеспечения .....	13
6.5 Контроль пробоотбора .....	14
6.6 Требования к построению и контролю градуировочных характеристик .....	16
6.7 Внутренний контроль качества результатов измерений .....	17
6.8 Внутренние проверки .....	23
6.9 Внешние проверки .....	24
6.10 Персонал – обучение и контроль .....	24
Приложение А (справочное) Список МВИ, рекомендуемых для учета и контроля ЯМ .....	25

## Введение

Настоящий стандарт содержит описание типовой структуры программы контроля качества измерений для мониторинга и контроля погрешностей измерений в целях учета и контроля ядерных и специальных неядерных материалов (далее – ядерные материалы) и рекомендации к ее содержанию.

В связи с тем, что в основу учета и контроля ядерных материалов положены измерения, контроль их качества является одним из основных элементов системы учета и контроля ядерных материалов.

В соответствии с Федеральными правилами НП-030, каждое предприятие, организация или институт (далее – организация) должно разработать и ввести в действие программу контроля качества измерений ядерных материалов. Разработанная программа должна обеспечивать такую работу системы измерений ядерных материалов организации в целом и всех зон баланса материалов в частности, чтобы своевременно и качественно были выявлены и предотвращены проблемы, связанные с измерениями. Достоверные измерения дают возможность делать правильный вывод о значимости инвентаризационной разницы и о расхождениях данных получателя и отправителя при передаче ядерных материалов, т.е. о том, имела ли место какая-либо аномалия, а также дают возможность получения достоверных учетных и отчетных данных о количестве ядерных материалов.

Аналогов настоящему стандарту на федеральном и отраслевом уровне нет.

## СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

---

Учет и контроль ядерных материалов

Типовая программа контроля качества измерений ядерных материалов

---

Дата введения 2008 – 12 – 01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает единые подходы к содержанию типовой программы контроля качества измерений ядерных материалов для целей их учета и контроля.

Настоящий стандарт является методическим документом при разработке программ контроля качества измерений в организациях. Настоящий стандарт предназначен для использования специалистами метрологических служб, измерительных и испытательных лабораторий организаций Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом» (далее – Госкорпорация «Росатом»), а также специалистами служб учета и контроля ядерных материалов, которые отвечают за установление, поддержание или наблюдение за системой измерений ядерных материалов.

Настоящий стандарт распространяется на все ядерные и специальные не-ядерные материалы в соответствии с перечнем, приведенным в НП-030.

Настоящий стандарт разработан с учетом и в развитие требований НП-030, ОСТ 95 10571, ОСТ 95 10289, ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

## **2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ Р 8.563-96 ГСИ. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р 8.568-97 ГСИ. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ Р 8.609-2004 ГСИ. Стандартные образцы системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Основные положения

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

НП-030-05 Федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии. Основные правила учета и контроля ядерных материалов

РМГ 29-99 Рекомендации по межгосударственной стандартизации. ГСИ. Метрология. Основные термины и определения

ОСТ 95 10289-2005 ОСОЕИ. Внутренний контроль качества результатов измерений

ОСТ 95 10351-2001 ОСОЕИ. Общие требования к методикам выполнения измерений

ОСТ 95 10353-2008 ОСОЕИ. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик выполнения измерений

ОСТ 95 10430-2003 ОСОЕИ. Порядок проведения аттестации методик выполнения измерений

ОСТ 95 10571-2002 Учет и контроль ЯМ. Система измерений. Основные положения

### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 контроль ядерных материалов:** Контроль наличия и перемещений ядерных материалов, включающий контроль доступа к ядерным материалам, оборудованию и информации, наблюдение за ядерными материалами, проверку санкционированного размещения и перемещения ядерных материалов (НП-030).

**3.2 зона баланса материалов (ЗБМ):** Территориально и административно установленная в пределах ядерной установки или пункта хранения ядерных материалов зона для учета и контроля ядерных материалов, в которой на основании измерений определяется количество ядерных материалов при каждом их перемещении в зону и из нее, и подводится баланс ядерных материалов за установленный период времени (НП-030).

**3.3 система измерения ядерных материалов:** Совокупность методик и средств измерений ядерных материалов, персонала и организационных мероприятий, позволяющая получать на основе выполняемых измерений данные: о количестве, элементном и изотопном составах ядерных материалов, находящихся и производимых в ЗБМ, получаемых в ЗБМ или отправляемых из ЗБМ; о фактическом наличии ядерных материалов в ЗБМ при проведении физических инвентаризаций; о погрешностях результата измерения каждой измеряемой величины ядерного материала в ЗБМ (НП-030).

**3.4 ключевая точка измерений:** Место в технологическом процессе, где проводятся учетные и/или подтверждающие измерения (НП-030).

**3.5 инвентаризационная разница (ИР):** Разница между фактически наличным и документально зарегистрированным количеством ядерного материала (НП-030).

**3.6 значение инвентаризационной разницы:** Числовая характеристика ИР.

**3.7 учет ядерных материалов:** Определение количества ядерных материалов, составление и ведение учетных и отчетных документов (НП-030).

**3.8 аномалия в учете и контроле ядерных материалов:** Недостача (излишек) учетной единицы с ядерным материалом, превышение пределов допускаемых расхождений учетных и подтверждающих измерений параметров продуктов, ядерных материалов; превышение пределов допускаемых расхождений данных организации-отправителя и организации-получателя ядерного материала; превышение установленного предела для инвентаризационной разницы (НП-030).

**3.9 подтверждающие измерения:** Измерения, результаты которых используются для подтверждения всех или некоторых учетных данных продуктов (НП-030).

**3.10 учетные измерения:** Измерения параметров (характеристик) ядерных материалов, продуктов, результаты которых используются для определения данных, регистрируемых в учетных документах (НП-030).

**3.11 арбитражные измерения:** Измерения количественных характеристик ядерных материалов, учетных единиц, которые проводятся в случае обнаружения аномалий.

**3.12 методика выполнения измерений (МВИ):** Совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений (испытаний) с известной погрешностью, или результатов контроля с известной достоверностью (ОСТ 95 10351).

**3.13 аттестация МВИ:** Процедура установления и подтверждения соответствия МВИ предъявляемым к ней метрологическим требованиям, включающая экспериментальное и/или теоретическое исследование и оценивание метрологических характеристик МВИ и завершающаяся оформлением официального документа (свидетельства о метрологической аттестации) (ОСТ 95 10351).

**3.14 достоверные измерения:** Измерения, оценка погрешности которых определена в результате метрологических исследований.

**3.15 качество измерений:** Степень соответствия погрешности измерений, предъявляемым к ней требованиям.

**3.16 показатели качества измерений:** Точность, правильность, воспроизводимость, сходимость результатов измерений или испытаний, достоверность контроля (ОСТ 95 10353).

**3.17 точность измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость результатов измерений к истинным значениям (ОСТ 95 10353).

**3.18 правильность измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость к нулю систематической составляющей погрешности результатов измерения (ОСТ 95 10353).

**3.19 воспроизводимость измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу результатов измерений одной и той же величины, выполненных по одной и той же МВИ, но в разное время, на разных экземплярах средств измерений, разными исполнителями, в разных лабораториях (ОСТ 95 10353).

**3.20 сходимость измерений:** Показатель качества измерений, отражающий близость друг к другу результатов измерений, полученных на одном и том же образце (пробе) или однородных образцах в одинаковых условиях (практически в одно и то же время, на одном средстве измерений, одним исполнителем) (ОСТ 95 10353).

**3.21 характеристики воспроизводимости (показатель воспроизводимости и случайная составляющая погрешности в условиях воспроизводимости):**

- среднее квадратическое отклонение (СКО) воспроизводимости  $\sigma_e$  – точечная характеристика;

- границы интервала ( $\varepsilon_{вн}$ ,  $\varepsilon_{вв}$ ; далее -  $\varepsilon_e$ ), в котором случайная составляющая погрешности МВИ в условиях воспроизводимости находится с заданной вероятностью P - интервальная оценка (ОСТ 95 10289).

**3.22 характеристики сходимости (показатель сходимости и случайная составляющая погрешности в условиях сходимости):**

- СКО сходимости  $\sigma_{cx}$  – точечная характеристика;
- границы интервала ( $\varepsilon_{cxн}$ ,  $\varepsilon_{cxв}$ ; далее -  $\varepsilon_{cx}$ ), в котором случайная составляющая погрешности МВИ в условиях сходимости находится с заданной вероятностью Р - интервальная оценка сходимости (ОСТ 95 10289).

**3.23 характеристики погрешности (показатели точности):**

- СКО погрешности  $\sigma(\Delta)$  - точечная характеристика;
- границы интервала ( $\Delta_n$ ,  $\Delta_v$ ; далее -  $\Delta$ ), в котором погрешность находится с заданной вероятностью Р - интервальная оценка; в тексте оценка  $\Delta$  названа «суммарной погрешностью».

**3.24 параллельные определения:** Многократное проведение в условиях сходимости всей совокупности операций (включая операции подготовки образца (навески) к измерению), предусмотренных методикой выполнения измерений, заканчивающееся вычислением результата.

**3.25 приписанная характеристика погрешности измерений:** Характеристика погрешности любого результата совокупности измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики (как правило, приводимая в свидетельстве об аттестации МВИ) (ОСТ 95 10430).

**3.26 средство измерений (СИ):** Техническое средство, предназначенное для измерений, имеющее нормированные метрологические характеристики, воспроизводящее и/или хранящее единицу физической величины, размер которой принимают неизменным (в пределах установленной погрешности) в течение известного интервала времени. (РМГ-29).

**3.27 утверждение типа средств измерений:** Решение (уполномоченного на это государственного органа управления) о признании типа средств измерений узаконенным для применения на основании результатов их испытаний государственным научным метрологическим центром или другой специализированной организацией, аккредитованной Госстандартом страны (РМГ-29).

**3.28 нормируемые метрологические характеристики:** Совокупность метрологических характеристик данного типа средств измерений, устанавливаемая нормативными документами на средства измерений (РМГ 29).

**3.29 поверка средств измерений:** Установление органом государственной метрологической службы (или другим официально уполномоченным органом, организацией) пригодности средства измерений к применению на основании экспериментально определяемых метрологических характеристик и подтверждения их соответствия установленным обязательным требованиям (РМГ-29).

**3.30 калибровка средств измерений:** Совокупность операций, устанавливающих соотношение между значением величины, полученным с помощью данного средства измерений, и соответствующим значением величины, определенным с помощью эталона, с целью определения действительных метрологических характеристик этого средства измерений (РМГ-29).

## 4 Сокращения

В настоящем стандарте применяются следующие сокращения:

АС – аттестованная смесь;

ВОК – внутренний оперативный контроль качества результатов измерений;

ВСК – внутренний статистический контроль качества результатов измерений;

ГОСТ – государственный стандарт Российской Федерации;

ГСИ – государственная система обеспечения единства измерений;

ККИ – контроль качества измерений;

КТИ – ключевая точка измерений;

КС – контроль стабильности результатов измерений;

ОИ – отраслевая инструкция;

ОСОЕИ – отраслевая система обеспечения единства измерений;

ОСТ – стандарт отрасли;

СКО – среднее квадратическое отклонение;

СО – стандартный образец;

СТП – стандарт предприятия;

СУиК – система учета и контроля;

УЕ – учетная единица;

ЯМ – ядерные и специальные неядерные материалы, подлежащие учету и контролю.

## **5 Общие положения**

5.1 Исходным документом для создания программы ККИ организации являются программы измерений для целей учета и контроля ЯМ каждого подразделения (ЗБМ) организации.

5.2 Программа ККИ является обязательным документом для каждой организации. Программа должна содержать информацию о ККИ во всех ЗБМ организации. Общая программа ККИ организации может содержать приложения в виде программ ККИ для отдельных ЗБМ или ссылки на них. Необходимость разработки программ для каждой ЗБМ определяется тем, насколько разнообразны виды ЯМ и технологии работы с ними в ЗБМ конкретной организации. Допускается оформление одной программы ККИ для организации в целом.

С точки зрения ККИ различают два основных типа ЗБМ: те, в которых происходят только измерения массы с помощью весов (весовые), и те, в которых, кроме весовых, происходят измерения состава ЯМ и/или объема ЯМ. Поэтому в программе ККИ организации должно, как минимум, присутствовать описание двух типов ККИ для этих типовых ЗБМ. Специфика ЗБМ, в которых проводятся только весовые измерения, отражена в 6.3.2, 6.7.11, 6.7.12. В программе ККИ может быть также отражена специфика тех ЗБМ, в которых проводятся измерения отложений в коммуникациях, твердых и жидких отходов и т.п.

5.3 Программа контроля качества измерений разрабатывается, согласуется и утверждается в соответствии с порядком, установленным в организации, при участии метрологической службы организации и служб, организующих учет и контроль ЯМ.

5.4 Руководителем программы ККИ и ответственным за её выполнение является лицо, назначенное в установленном в организации порядке. Ответственность за выполнение процедур программы ККИ возлагается на должностных лиц и руководителей подразделений, в которых выполняются данные процедуры. Контроль за реализацией программы ККИ осуществляется метрологической службой организации.

5.5 Программа ККИ пересматривается при необходимости в следующих случаях:

- изменение организационной структуры организации или отдельной ЗБМ;
- внедрение новых средств измерений;
- внедрение новых МВИ.

Пересмотр программы ККИ может проводиться в следующем порядке:

- по запросу руководителя программы ККИ, подразделения (ЗБМ), проводящие измерения ЯМ, составляют отчеты по результатам работы программы ККИ и направляют их руководителю программы ККИ. Отчет должен содержать информацию о том, какие виды контроля проводились в ЗБМ, о количестве контрольных измерений в ЗБМ за контролируемый период, о количестве отрицательных результатов внутреннего контроля качества результатов измерений, о причинах получения отрицательных результатов, о предпринятых корректирующих действиях и т.п.;

- руководитель программы ККИ анализирует содержание отчетов и собирает совещание ответственных за выполнение программы ККИ на уровне подразделений (ЗБМ), на котором решается вопрос о необходимости внесения изменений в программу и о том, какие именно изменения необходимы. Актуализацию программы ККИ проводят ее разработчики по поручению руководителя ККИ.

## **6 Требования к построению и изложению программы**

### **6.1 Разделы программы**

6.1.1 Программа контроля качества измерений ядерных материалов состоит из отдельных разделов.

6.1.2 В программу ККИ в общем случае включают следующие разделы:

- организационные мероприятия по ККИ;
- контроль нормативно-методического обеспечения;
- контроль технического обеспечения;
- контроль пробоотбора;
- требования к построению и контролю градуировочных характеристик;
- внутренний контроль качества результатов измерений;
- внутренние проверки;
- внешние проверки;
- персонал – обучение и контроль.

6.1.3 Допускается объединять разделы программы или исключать, заменяя ссылками, в случае наличия соответствующего описания в другом нормативном документе организации. Программа может также содержать введение, в котором обозначены цели и задачи программы, а также описана специфика ККИ в организации или в ЗБМ.

### **6.2 Организационные мероприятия по ККИ**

6.2.1 В данном разделе должна быть распределена ответственность за выполнение программы ККИ как на уровне организации, так и на уровне подразделений (ЗБМ) и определены функции ответственных в рамках программы по следующим позициям:

- а) ответственность за выполнение программы ККИ в организации;

б) ответственность за выполнение программы ККИ на уровне подразделения (ЗБМ);

в) ответственность за нормативно-методическое обеспечение;

г) ответственность за СИ;

д) ответственность за СО;

е) ответственность за МВИ;

ж) ответственность за пробоотбор;

з) ответственность за контроль градуировочных характеристик;

и) ответственность за внутренний контроль качества результатов измерений;

к) ответственность за проведение внутренних проверок;

л) ответственность за обучение персонала.

Ответственным за различные элементы ККИ может быть одно и то же лицо.

6.2.2 Лиц, отвечающих за выполнение программы ККИ (перечисления а) и б) 6.2.1), назначают приказом руководителя организации. Лиц, отвечающих за выполнение программы ККИ внутри ЗБМ (в соответствии с перечислениями в) – л) 6.2.1), назначают распоряжениями административного руководителя подразделения (ЗБМ).

6.2.3 Возможны два принципа назначения ответственных за элементы системы ККИ: поэлементно по всей ЗБМ, либо по МВИ, когда один человек отвечает за все, что входит в комплекс понятия «контроль качества измерений по МВИ»: СИ и вспомогательное оборудование, задействованное в МВИ, СО, задействованные в МВИ, пробоотбор для МВИ, внутренний контроль качества результатов измерений по МВИ и т.п.

6.2.4 В разделе должен быть приведен порядок разработки, согласования и утверждения программы ККИ.

6.2.5 В разделе должны быть приведены сроки и порядок пересмотра программы – в соответствии с 5.5.

6.2.6 Руководитель программы ККИ проводит анализ существующих в орга-

низации ЗБМ и, в зависимости от разнообразия видов имеющихся в организации ЯМ и специфики организации ЗБМ, принимает решение о необходимости индивидуальных программ ККИ для той или иной ЗБМ. В общем случае, программа ККИ организации состоит из основной части, описывающей ККИ в организации в целом, и приложений, описывающих ККИ в специфических ЗБМ, если таковые существуют.

6.2.7 Программа ККИ может содержать ссылки на программу измерений по учету и контролю ЯМ и должна быть с ней гармонизирована.

### **6.3 Контроль нормативно-методического обеспечения**

6.3.1 Контроль нормативно-методического обеспечения проводится лицами, назначенными в соответствии с 6.2.2. В разделе должен быть приведен перечень основных нормативно-методических документов, необходимых для функционирования системы измерений ЯМ.

6.3.2 В разделе рекомендуется привести перечень документов, которые должны быть в наличии в ЗБМ.

Кроме нормативных документов в ЗБМ, участвующих в измерениях ЯМ, должны быть в наличии:

- МВИ, отвечающие требованиям ГОСТ Р 8.563, ОСТ 95 10571 и ОСТ 95 10351;
- копии свидетельств на СО;
- документы (или их копии), подтверждающие пригодность СИ к применению;
- документация по пробоотбору (при необходимости).

Весовые измерения, результаты которых используются при передаче ЯМ от ЗБМ к ЗБМ или от организации к организации, рекомендуется оформить в виде МВИ.

**Примечание** – В этом случае в МВИ будет обозначена характеристика погрешности взвешивания, что облегчит расчет допустимых расхождений (для тех случаев, когда характеристика погрешности взвешивания не равна характеристике погрешности весов).

Для ЗБМ, в которых проводятся только измерения массы, достаточно наличия документов (или их копий), подтверждающих проведение поверки СИ или калибровки (для подтверждающих измерений).

6.3.3 Для разработки и выполнения требований программы ККИ необходимы документы, приведенные в разделе 2.

## **6.4 Контроль технического обеспечения**

6.4.1 В разделе указывают порядок контроля технических элементов и их состав. Ответственные за контроль технического обеспечения контролируют следующие направления:

- средства измерения, испытательное и вспомогательное оборудование;
- методики выполнения измерений;
- стандартные образцы.

6.4.2 В разделе должно быть указано, как контролируется техническое обеспечение системы измерений ЯМ. Соответствующий перечень технических элементов должен содержаться в программе измерений по СУиК ЯМ. Раздел «Контроль технического обеспечения» программы ККИ должны содержать ссылки на программу измерений.

6.4.3 Контроль состояния средств измерений проводится путем периодической поверки. В разделе должно быть отражено это положение и обозначен номер регистрации организации в реестре на право поверки СИ. Если метрологическая служба организации не имеет права на поверку СИ, то должно быть указано, кто проводит поверку и на каком основании. Контроль состояния экземпляров испытательного оборудования проводят путем их периодической аттестации в соответствии с

ГОСТ Р 8.568, которую выполняют сотрудники подразделения, в котором установлено испытательное оборудование, и представители метрологической службы организации.

6.4.4 Контроль состояния МВИ с документальной точки зрения проводится путем проверки наличия свидетельств об их аттестации и проверки того, соответствуют ли реальные объекты измерений по МВИ объектам, которые приведены в свидетельстве. Уровень признания (утверждения) МВИ (ГОСТ, ОСТ, ОИ, СТП) должен соответствовать категории измерений (учетные, подтверждающие, арбитражные).

6.4.5 Контроль состояния СО проводится путем отслеживания соблюдения условий хранения и применения СО, приведенных в инструкциях по применению СО или в тексте МВИ, а также сроков действия имеющихся экземпляров СО. Сроки действия СО необходимо заблаговременно продлевать в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315 и ГОСТ Р 8.609. Проверяют также соответствие применения СО в зависимости от его класса по ГОСТ Р 8.609.

6.4.6 Ответственных за контроль технических элементов системы измерений рекомендуется назначать из числа руководителей или опытных специалистов, имеющих непосредственное отношение к соответствующим измерениям. Допускается для контроля описанных технических элементов использовать уже действующие процедуры метрологического обеспечения в подразделениях организации.

6.4.7 Результаты контроля состояния технических элементов СУиК отражаются в документах внутренних проверок по 6.8.4. Периодичность проведения контрольных процедур устанавливается планами контроля.

## **6.5 Контроль пробоотбора**

6.5.1 Данный раздел включают в программу ККИ тех ЗБМ, которые занимаются пробоотбором, в противном случае он может отсутствовать. Этот раздел может также отсутствовать в программе ККИ ЗБМ, применяющих МВИ, аттестован-

ные с учетом погрешности пробоотбора. В разделе должна быть определена цель пробоотбора – обеспечение соответствия информации, полученной по результатам измерения проб, информации о всей партии материала или УЕ. Должно быть обозначено, что пробоотбор осуществляется в соответствии с документами по пробоотбору.

6.5.2 В разделе должно быть указано, какие измерения в ЗБМ (по КТИ) должны иметь инструкцию по пробоотбору, а также, какая информация должна содержаться в инструкции по пробоотбору. Инструкция по пробоотбору должна быть разработана для таких учетных и подтверждающих измерений, проведение которых основано либо на измерении отдельных проб, взятых из ЯМ, либо на измерении отдельных УЕ, отобранных от большой паспортизованной партии. Необходимая информация, которая должна содержаться в инструкции по пробоотбору – это информация о том, откуда берутся пробы, сколько их, и каковы последующие после пробоотбора манипуляции с ними.

Процедура пробоотбора может являться частью технологического документа или быть документирована в виде отдельной инструкции. Документирование заключается в описании планов пробоотбора и указании погрешности пробоотбора (процедуры оценки).

6.5.3 В разделе должен быть указан порядок контроля пробоотбора. Погрешность пробоотбора может быть определена в соответствии с отдельным документом по пробоотбору.

6.5.4 В разделе должно быть определено, когда следует пересматривать и обновлять по необходимости документированные процедуры пробоотбора (рекомендуется не реже одного раза в год). При определении сроков пересмотра процедур пробоотбора необходимо принимать во внимание, учитывается ли погрешность пробоотбора в аттестованной МВИ. Если погрешность пробоотбора учитывается в МВИ, то пересмотр процедур пробоотбора проводится в сроки, предусмотренные для МВИ.

При наличии в ЗБМ документов, описывающих процедуру пробоотбора, этот раздел ККИ может содержать только ссылки на соответствующие пункты имеющихся документов.

## **6.6 Требования к построению и контролю градуировочных характеристик**

6.6.1 В общем случае построение градуировочных характеристик является частью МВИ и их контроль осуществляется отдельно только в том случае, если эта процедура не предусмотрена в МВИ. Таким образом, если для измерений ЯМ в ЗБМ применяются МВИ, в которых описано построение и контроль стабильности градуировочных характеристик, в программе ККИ этот раздел может отсутствовать.

6.6.2 Построение градуировочных характеристик и оценка их погрешностей являются предметом отдельного документа. Программа ККИ может содержать ссылку на него.

6.6.3 Контроль стабильности градуировочных характеристик, если это не оговорено специально в тексте МВИ, осуществляет контроль их стабильности в одной точке центральной области градуировочной характеристики путем измерения соответствующего значения аргумента (т.е. аттестованной характеристики СО). В общем случае, отклонение вновь измеренного значения функции отклика от предыдущего не должно превышать одной трети от значения неисключенной систематической составляющей погрешности МВИ в этой точке. Могут быть установлены и другие критерии, учитывающие особенности применяемой МВИ.

В случае большего отклонения должна быть установлена причина нестабильности и построены новые градуировочные характеристики.

Периодичность контроля устанавливается в зависимости от объема измерений. Рекомендуется проводить контроль не реже одного раза в квартал.

Документирование проверки стабильности проводят в специальном журнале.

## **6.7 Внутренний контроль качества результатов измерений**

6.7.1 Внутренний контроль качества результатов измерений представляет собой комплексную экспериментальную проверку основных элементов системы измерений. Алгоритмы контроля, его организационные и математические аспекты изложены в ОСТ 95 10289. Поэтому в данном разделе программы приводят специфические положения для МВИ, применяемых в целях учета и контроля ЯМ, а также те положения ОСТ 95 10289, которые нельзя изложить в виде ссылки.

6.7.2 Для каждой МВИ устанавливается три вида внутреннего ККИ:

- внутренний оперативный контроль – при этом обрабатывается один контрольный результат. ВОК проводится для принятия оперативных мер в ситуациях, когда погрешности контрольных измерений не соответствуют нормативам контроля, а также для накопления статистической информации о характеристиках погрешности методики измерений;

- контроль стабильности результатов измерений. Обрабатывается от одного до 20 контрольных результатов. КС проводится для принятия оперативных мер в ситуациях, когда процесс измерений по МВИ вышел или может выйти из-под контроля;

- внутренний статистический контроль. Обрабатывается свыше 21 контрольного результата. ВСК проводят с целью оценки качества измерений, выполненных в течение контролируемого периода, и управления этим качеством.

6.7.3 Внутри ЗБМ рекомендуется контролировать два показателя качества измерений – сходимости и погрешности. Воспроизводимость рекомендуется контролировать внешним по отношению к ЗБМ инстанциям или в случае контроля, проводимого со специальной целью.

6.7.4 Контроль показателей качества измерений при внутреннем контроле организует и проводит ответственное лицо в соответствии с 6.2.2. Контроль показателей качества измерений организуется и проводится для каждой МВИ.

6.7.5 В журналах регистрации фиксируют все результаты ВОК, в том числе и неудовлетворительные.

6.7.6 Нормативы контроля, приведенные в МВИ или в свидетельстве об аттестации МВИ, принимаются за начальные нормативы контроля. Если в этих документах нормативы не приведены, их необходимо рассчитать с помощью аттестованных характеристик МВИ по алгоритмам ОСТ 95 10289. В последующем нормативы контроля пересматриваются один раз в год и устанавливаются на каждый текущий год в соответствии с результатами статистического контроля.

Корректировка возможна только в сторону ужесточения нормативов по сравнению с первоначальными. В противном случае необходима переаттестация МВИ, если не выявлены и устранены причины отрицательных результатов внутреннего контроля.

6.7.7 Порядок проведения и правила обработки результатов внутреннего оперативного контроля

6.7.7.1 ВОК погрешности и сходимости осуществляют путем оценки соответствия результата контрольного измерения нормативу, установленному для соответствующего алгоритма контроля. Результат выполнения контрольной процедуры не должен превышать норматива контроля.

6.7.7.2 ВОК сходимости проводят на рабочих пробах только для МВИ, количество параллельных определений в которых больше одного. Сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий

$$d_k = X_{\max,n} - X_{\min,n} \leq d = Q(P, n) \cdot \sigma_{cx}(X), \quad (1)$$

где  $X_{\max,n}$  – максимальный результат из  $n$  параллельных определений;

$X_{\min,n}$  – минимальный результат из  $n$  параллельных определений;

$d$  – норматив оперативного контроля сходимости;

коэффициенты  $Q(P,n)$  – квантили распределения размахов, приведены в ОСТ 95 10289 (таблица 2) при уровне значимости  $\alpha = 0,10$ ;

$\sigma_{cx}(X)$  – показатель сходимости, соответствующий значению измеряемого параметра  $X$  в пробе. Первоначально значение  $\sigma_{cx}(X)$ , приведенное в свидетельстве об аттестации МВИ, далее корректируется и устанавливается в лаборатории (до последующей переаттестации МВИ).

6.7.7.3 ВОК погрешности проводят в соответствии с процедурой, установленной в нормативном документе, регламентирующем МВИ. Метод оперативного контроля погрешности с применением СО или АС состоит в сравнении разности  $K_k$  между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля ( $\bar{X}$ ) и его аттестованным значением ( $C$ ) с нормативом оперативного контроля погрешности  $K$ .

Погрешность результата контрольного измерения  $\bar{X}$  признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий

$$K_k = |\bar{X} - C| \leq 0,84 \cdot \Delta, \quad (2)$$

Алгоритм контроля приведен для случая симметричных границ характеристики погрешности:  $\Delta_g = \Delta_n = \Delta$  ( $\delta_g = \delta_n = \delta$ ).

6.7.7.4 В случае отрицательного результата оперативного контроля сходимости и/или погрешности, измерение повторяют, в случае повторного отрицательного результата останавливают измерения, находят причину отрицательного результата и устраняют ее.

6.7.7.5 ВОК с помощью метода добавок проводят в соответствии с ОСТ 95 10289.

6.7.8 Контроль стабильности результатов измерений с помощью контрольных карт

6.7.8.1 КС результатов измерений с использованием контрольных карт является визуальным средством обнаружения динамики изменений показателей качества результатов измерений, последующего установления причин этого изменения и оперативного управления качеством измерений на основе установленных правил анализа ситуаций, возникающих при работе с контрольными картами. Применение контрольных карт основано на сопоставлении результатов контрольных измерений с установленными нормативами контроля: границами действия и границами предупреждения.

6.7.8.2 Для МВИ, используемых в СУиК, устанавливается усиленный уровень контроля с расчетом границ действия и предупреждения, соответствующим этому уровню, в соответствии с ОСТ 95 10289 (таблица 3). Порядок построения контрольных карт, признаки нестабильности, действия в случае нестабильности – в соответствии с ОСТ 95 10289.

#### 6.7.9 Внутренний статистический контроль результатов измерений

6.7.9.1 ВСК представляет собой накопление и анализ информации, на основе которой рассчитываются показатели качества измерений по МВИ, которые сравниваются с аттестованными (приписанными) показателями качества. ВСК проводят только для измерений, оформленных и утвержденных в виде МВИ. Для весовых измерений и измерений объема, не оформленных в виде МВИ, ВСК не проводится.

6.7.9.2 ВСК показателей качества результатов измерений (сходимости, воспроизводимости, погрешности) основан на оценке качества совокупности контрольных измерений и призван решать задачи оценки качества измерений и управления этим качеством, а именно – своевременной коррекции показателей качества в случае необходимости.

6.7.9.3 ВСК осуществляется на основе информации, получаемой в процессе проведения контрольных измерений при оперативном контроле, выполненных в течение контролируемого периода. При необходимости, для формирования

выборки контрольных проверок, необходимой для проведения статистического контроля, планируют проведение дополнительных контрольных измерений. Число анализируемых результатов контрольных измерений  $L$  – от 21 и более. Контролируемый период определяется периодом отчетности о показателях качества результатов измерений, но не должен превышать одного года.

6.7.9.4 ВСК проводится для тех поддиапазонов контролируемых параметров, которые характеризуются одинаковыми показателями качества измерений, и для тех вероятностей, при которых установлены приписанные (интервальные) показатели качества измерений МВИ.

6.7.9.5 После того, как собран соответствующий статистический материал, проводят корректировку нормативов оперативного контроля МВИ на следующий контролируемый период следующим образом.

В качестве второго норматива сходимости (этот вид контроля – сплошной, для всех результатов измерения по МВИ) принимают  $d_2 = 0,975 \cdot d_{\max}$ , где  $d_{\max}$  – максимальный в течение контролируемого периода размах результатов измерений.  $d_{\max}$  может быть единичным отрицательным результатом ВОК. Каждый последующий норматив рассчитывают по аналогичной формуле, но при этом все последующие нормативы должны быть меньше первого, но не обязательно меньше предыдущего.

Корректировку норматива оперативного контроля погрешности проводят аналогичным образом: второй норматив принимают равным  $0,975 \cdot K_{\max}$ , где  $K_{\max}$  – максимальное отклонение результата измерения СО или АС от аттестованного значения. Далее действуют по аналогии со сходимостью.

6.7.9.6 Кроме того, в соответствии с ОСТ 95 10289 (раздел 7) проводят контроль качества аттестации МВИ и устанавливают, в случае необходимости, новые характеристики погрешности для МВИ. Установление новых характеристик погрешности для МВИ в СУиК должно регламентироваться специальным документом.

6.7.10 Корректирующие воздействия в случае ВОК и КС заключаются в выявлении причин отрицательных результатов контрольных процедур и их устранении, а в случае статистического контроля – в установлении новых нормативов контроля на каждый контролируемый период и перееаттестации МВИ в случае необходимости.

6.7.11 Весовые измерения являются основными в СУиК, но, как правило, эти измерения не описываются в виде МВИ, и, кроме того, в паспортах не нормируются отдельно показатели составляющих погрешности весов, а нормируется только интервальная оценка погрешности для вероятности, равной  $P = 1$ . В связи с этим, для весовых измерений невозможен контроль сходимости, а возможен только контроль погрешности.

6.7.12 Для весов, задействованных при передаче однотипных УЕ в другую ЗБМ (или в другую организацию), рекомендуется экспериментально установить составляющие (случайную и систематическую) погрешности измерений и корректировать результаты на величину систематической составляющей в случае необходимости. При этом методика взвешивания согласуется отправителем и получателем ЯМ.

Установление составляющих погрешности взвешивания и необходимости корректировки результатов должно проводиться в соответствии с методическим документом.

Контроль качества результатов измерений для весовых измерений рекомендуется проводить в реальных условиях измерений, при этом желательно, чтобы геометрия эталонного груза (т.е. СО) соответствовала геометрии реального объекта измерений, что особенно важно для весов, предназначенных для взвешивания больших грузов. В случае отсутствия гири с размерами, примерно соответствующими реальным объектам, рекомендуется аттестовать в качестве СО образцовый груз с геометрическими параметрами реального объекта измерений, и, в дальнейшем, для внутреннего контроля использовать только его.

6.7.13 Документирование результатов внутреннего контроля – в соответствии с ОСТ 95 10289.

6.7.14 В случае использования МВИ не только для учета и контроля ЯМ, но и для контроля качества продукции, рекомендуется принять вариант с более жесткими нормативами внутреннего контроля для всех измерений.

## **6.8 Внутренние проверки**

6.8.1 В этом разделе программы ККИ необходимо привести описание порядка проведения внутренних проверок системы измерений ЯМ для обеспечения эффективного ее функционирования. Рекомендуемый порядок указан в 6.8.2 - 6.8.4.

6.8.2 Руководитель программы ККИ разрабатывает график внутренних проверок.

Проверки осуществляют комиссии из представителей различных служб организации, имеющих отношение к измерениям в СУиК ЯМ. Комиссии формирует руководитель программы в соответствии с принятым в организации порядком. Также внутренние проверки могут осуществляться специально уполномоченным подразделением организации.

6.8.3 Суть проверок заключается в проверке соответствия программы ККИ фактическому состоянию измерений.

6.8.4 По результатам проведенных внутренних проверок составляется акт (отчет) и, при необходимости, план корректирующих и/или предупреждающих действий. В качестве корректирующих действий по результатам внутренних проверок можно рекомендовать:

- переход на усиленный контроль качества результатов измерений;
- проведение внеплановой поверки (калибровки) СИ;
- проведение актуализации нормативно-методической документации;
- проведение дополнительного обучения персонала и т.д.

## **6.9 Внешние проверки**

6.9.1 В этом разделе программы ККИ должна быть отражена готовность организации и ЗБМ к внешним проверкам в виде участия лабораторий организации в проведении межлабораторных сличений и инспекторских проверках.

6.9.2 В разделе должны быть указаны лица, ответственные за проведение межлабораторных сличений и организацию работ инспекторских комиссий в организации.

6.9.3 В разделе необходимо привести порядок рассмотрения результатов внешнего контроля: кто проводит анализ, каким образом, а также описание возможных корректирующих воздействий по результатам внешних проверок.

## **6.10 Персонал – обучение и контроль**

6.10.1 В разделе необходимо привести основные требования, предъявляемые к персоналу, проводящему измерения, его обучению и ответственности. Необходимо привести требования о проведении обучения по выполнению соответствующих процедур на специализированных курсах, организуемых в рамках системы государственного учета и контроля ЯМ, а также об обучении персонала по специально разработанным программам в организации.

6.10.2 В разделе необходимо отразить порядок проверки знаний персонала в области СУиК ЯМ, установленный разработанными в организации документами, периодичность проверки знаний для различных категорий персонала, установленную руководством организации.

## Приложение А (справочное)

### Список МВИ, рекомендуемых для учета и контроля ЯМ

- 1 ОИ 001.562-2003 Плутоний. Методика гамма-спектрометрического измерения изотопного состава и условной массовой доли америция-241
- 2 ОИ 001.563-2003 Плутоний. Метод масс-спектрометрического изотопного анализа
- 3 ОИ 001.598-2005 Сбросные технологические и нетехнологические растворы. Методика выполнения определения концентрации плутония радиометрическим методом
- 4 ОСТ 95 175-2003 Уран и его соединения. Методика гравиметрического с пероксидным осаждением измерения содержания урана
- 5 ОИ 001.462-2005 Гексафторид урана. Методика гравиметрического определения в гексафториде урана
- 6 ОИ 001.446-98 Уран. Методика ферро-фосфатно-ванадатного определения в технологических продуктах
- 7 ОИ 001.467-2006 Урана гексафторид. Методика масс-спектрометрического определения изотопного состава урана в газовой фазе
- 8 ОИ 001.477-99 Уран. Методика масс-спектрометрического определения изотопного состава в твердой фазе
- 9 ОСТ 95 446-2001 Уран. Методика масс-спектрометрического определения изотопного состава в твердой фазе
- 10 ОИ 001.360-94 Уран. Масс-спектрометрический метод определения изотопного состава
- 11 ОИ 001.539-2002 Гексафторид урана. Методика определения содержания изотопов урана масс-спектрометром с индуктивно связанной плазмой и многоколлекторным приемником ионов
- 12 ОИ 001.606-2006 Гексафторид урана. Методика масс-спектрометрического определения изотопного состава урана в газовой фазе
- 13 ОИ 001.544-2003 Изотоп урана-235. Методика масс-спектрометрического с индуктивно-связанной плазмой определения в уране и его соединениях
- 14 ОИ 001.611-2006 Уран. Методика выполнения измерений концентрации в технологических растворах

УДК 389.14:006.354

ОКС 17.020

T80

ОКСТУ 0008

Ключевые слова: учет и контроль, ядерные материалы, специальные неядерные материалы, типовая программа, контроль качества измерений

