

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ
Учет и контроль ядерных материалов
СИСТЕМА ИЗМЕРЕНИЙ
Основные положения

Дата введения 2002-09-01

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным Государственным Унитарным Предприятием Всероссийским научно-исследовательским институтом неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара.

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Министра Минатома России от 13.06.2002 г. № 288

3 В настоящем стандарте реализованы нормы законов Российской Федерации «Об использовании атомной энергии» и «Об обеспечении единства измерений».

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

СОДЕРЖАНИЕ

- 1 Область применения
- 2 Нормативные ссылки
- 3 Определения
- 4 Обозначения и сокращения
- 5 Общие положения
 - 5.1 Цели и задачи системы измерений
 - 5.2 Общие требования к системе измерений
 - 5.3 Организационная структура системы измерений на ведомственном уровне
 - 5.4 Требования к организации системы измерений на предприятии
- 6 Элементы системы измерений
 - 6.1 Пробоотбор
 - 6.2 Методики выполнения измерений
 - 6.2.1 Требования к выбору МВИ
 - 6.2.2 Виды измерений
 - 6.2.3 Общие требования к методикам выполнения измерений
 - 6.2.4 Содержание документов, регламентирующих МВИ
 - 6.2.5 Порядок разработки МВИ
 - 6.2.6. Аттестация МВИ
 - 6.2.7 Стандартизация МВИ
 - 6.2.8 Общие требования к расчетным методам определения количества ЯМ
 - 6.2.9 документирование результатов измерений и расчетов
 - 6.3 Средства измерений
 - 6.3.1 Общие требования
 - 6.3.2 Калибровка средств измерений
 - 6.3.3 Поверка средств измерений
 - 6.3.4 Градуировка средств измерений
 - 6.4 Стандартные образцы
 - 6.4.1 Общие требования
 - 6.4.2. Порядок разработки, аттестации и регистрации СО
 - 6.5 Обеспечение качества измерений
 - 6.5.1 Общие требования к лабораториям
 - 6.5.2 Аккредитация лабораторий
 - 6.5.3 Аккредитация метрологических служб
 - 6.5.4 Внутренний контроль качества измерений
 - 6.5.5 Порядок организации межлабораторных сличений результатов измерений
 - 6.6 Требования к персоналу
- Приложение А (обязательное). Порядок проведения пробоотбора
- Приложение Б (справочное). Методы измерений, используемые для целей учета и контроля ЯМ
- Приложение В (обязательное). Порядок оформления МВИ в виде отраслевой инструкции
- Приложение Г (справочное). Порядок и методы построения градуировочных характеристик
- Приложение Д (обязательное). Порядок аккредитации метрологических служб

Приложение Е (информационное). Библиография

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к системе измерений для целей учета и контроля ядерных материалов, в том числе к элементам системы измерений. Требования стандарта являются обязательными для предприятий и организаций Минатома России, деятельность которых связана с использованием ядерных материалов, подлежащих государственному учету и контролю в соответствии с [1], [2].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2.601-95* ЕСКД. Эксплуатационные 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.

ОСТ 95 924-88 ОСОЕИ. Требования к построению, содержанию, изложению и оформлению методик анализа проб веществ и материалов.

ОСТ 95 10289-98* ОСОЕИ. Внутренний контроль качества КХА.

ОСТ 95 10319-88 ОСОЕИ. Порядок разработки стандартных образцов.

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

ОСТ 95 10396-89 ОСОЕИ. Порядок регистрации, учета, применения и хранения стандартных образцов.

ОСТ 95 10398-2000 ОСОЕИ. Оценка состояния измерений в измерительных и испытательных лабораториях.

ОСТ 95 10430-90 ОСОЕИ. Порядок проведения метрологической аттестации методик анализа и методик выполнения измерений свойств веществ и материалов.

ОСТ 95 10450-2001 ССМ. Порядок разработки в отрасли стандартов, правил и рекомендаций.

3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **Ядерный материал** - материал, содержащий или способный воспроизвести делящиеся (расщепляющиеся) ядерные вещества [3].

3.2 **Балк-форма ЯМ** - ЯМ в виде жидкости, газа или порошка, а также в виде большого количества предметов, не имеющих идентификаторов [3].

3.3 **Учетная единица** - поддающийся идентификации предмет, который содержит ЯМ с индивидуальным номером или другим идентификатором и целостность которого остается неизменной в течение установленного периода времени [3].

3.4 **Зона баланса материалов** - 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 определено количество ЯМ при каждом их перемещении в зону и из нее и подведен баланс ЯМ за установленный период времени [3].

3.5 **Инвентаризационная разница** - разница между зарегистрированным и имеющимся в наличии количеством ядерного материала [3].

3.6 **Система измерений** - совокупность технических средств измерений, методик выполнения измерений, стандартных образцов, персонала, объектов измерения, взаимодействующих в соответствии с требованиями нормативных документов для определения количественных характеристик объектов измерения.

3.7 **Ключевая точка измерений** - место, где ядерные материалы могут быть измерены для определения потока или наличного количества [2].

3.8 **Измерение** - нахождение значений величин физических и (или) химических параметров и характеристик ЯМ опытным путем с помощью средств измерений [3].

3.9 **Учетные измерения** - измерения количественных характеристик ядерных материалов, продуктов, результаты которых вносятся в учетные документы [2].

3.10 Проверочные (арбитражные) измерения - измерения количественных характеристик ядерных материалов, учетных единиц, которые проводятся в случае обнаружения аномалий и расхождений в процессе проведения физической инвентаризации и при передачах ЯМ.

3.11 Подтверждающие измерения - измерения, результаты которых используются для подтверждения всех или некоторых количественных характеристик и (или) атрибутивных признаков ядерных материалов, учетных единиц, продуктов [2].

3.12 Проба - часть материала, отобранная из общего количества ЯМ для целей его проверки и анализа [3].

3.13 Представительная проба - выборка из общего количества анализируемого ядерного материала, достаточная (с регламентированной погрешностью) для определения его параметров.

3.14 Методика выполнения измерений - установленная совокупность операций и правил при измерении, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с гарантированной точностью в соответствии с принятым методом [4].

3.15 Погрешность результата измерения - отклонение результата измерения от истинного (действительного) значения измеряемой величины [4].

3.16 Точность результата измерений - одна из характеристик качества измерения, отражающая близость к нулю погрешности результата измерения [4].

3.17 Правильность измерений - качество измерений, отражающее близость к нулю значений систематических погрешностей в их результатах.

3.18 Воспроизводимость результатов измерений - близость результатов измерений одной и той же величины, полученных в разных местах разными методами, разными средствами, разными операторами, в разное время, но приведенных к одним и тем же условиям измерений (температуре, давлению, влажности и др.) [4].

3.19 Сходимость измерений - близость результатов измерений одной и той же величины, выполненных повторно одними и теми же средствами, одним и тем же методом в одинаковых условиях и с одинаковой тщательностью [4].

3.20 Средство измерений - 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 [4].

3.21 Проверка средства измерений - совокупность операций, выполняемых органами государственной метрологической службы (другими, уполномоченными на то органами, организациями) с целью определения и подтверждения соответствия средства измерений установленным техническим требованиям [5].

3.22 Калибровка средства измерений - совокупность операций, выполняемых с целью определения и подтверждения действительных метрологических характеристик и (или) пригодности к применению средства измерений, не подлежащего государственному метрологическому контролю и надзору [5].

3.23 Градуировка средств измерений - определение градуировочной характеристики средства измерения [4].

3.24 Градуировочная характеристика средства измерения - зависимость между значениями величин на входе и выходе средства измерения, полученная экспериментально [4].

3.25 Стандартный образец - образец вещества (материала) с установленными в результате метрологической аттестованы значениями одной или более величин, характеризующими свойство или состав этого вещества (материала) [4].

3.26 Разряд стандартного образца - положение, которое занимает стандартный образец в схеме передачи размера единиц аттестованных характеристик, зависящее от погрешности значения аттестованной характеристики (выражается в цифровом виде).

3.27 Аттестация методик выполнения измерений - процедура экспериментального и теоретического исследования метрологических характеристик МВИ, завершающаяся оформлением официального документа, подтверждающего полученные значения метрологических характеристик (свидетельства о метрологической аттестованы).

3.28 Аккредитация - официальное признание уполномоченным на то государственным органом технической компетентности аналитических лабораторий или метрологических служб для выполнения ими определенного вида деятельности [5].

3.29 Метрологический надзор и контроль - деятельность, осуществляемая органом метрологической службы, в целях проверки соблюдения установленных метрологических правил и норм [5].

3.30 Межлабораторное сличение - организация, проведение и оценка результатов измерений на одинаковых или подобных образцах двумя или более лабораториями в соответствии с предварительно заданными условиями.

3.31 Средства контроля доступа - технические средства, предназначенные для обнаружения несанкционированных изъятия, использования, перемещения ядерных материалов, проникновения в зону ограниченного доступа. Подразделяются на системы наблюдения и УИВ [2].

3.32 Устройства индикации вмешательства - техническое устройство, имеющее индивидуальный номер или другой идентификатор, защищенное от возможности снятия и повторного использования без нарушения

его целостности или изменения одного (нескольких) поддающихся регистрации параметров и предназначенное для обнаружения несанкционированного доступа к ядерным материалам [2].

4 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте применяются следующие сокращения.

ГОСТ - государственный стандарт

ОСТ - стандарт отрасли

ЯМ - ядерный материал

МВИ - методика выполнения измерений

УИВ - устройства индикации вмешательства

ЗБМ - зона баланса материалов

СИУК ЯМ - система измерений для целей учета и контроля ЯМ

СГУК ЯМ - система государственного учета и контроля ЯМ

СИ - средства измерений

КТИ - ключевая точка измерений

СО - стандартный образец

МС - метрологическая служба

ЦГОМС - центральная головная организация метрологической службы

ТЗ - техническое задание

УЕ - учетная единица

ОИТ - оборудование, изделия и технологии

ГСО - государственный стандартный образец

ОСО - отраслевой стандартный образец

СОП - стандартный образец предприятия

ОИ - отраслевая инструкция

СААЛ - система аккредитации аналитических лабораторий (центров)

ВОК - внутренний оперативный контроль качества результатов измерений

ВСК - внутренний статистический контроль качества результатов измерений

5 Общие положения

5.1 Цели и задачи системы измерений

5.1.1 СИУК ЯМ должна обеспечить измерение количественных характеристик материалов, содержащих:

- плутоний;
- плутоний с содержанием изотопа плутония-238 более 20 %;
- уран;
- уран-233;
- уран-235;
- торий;
- нептуний-237;
- америций-241;
- америций-243;
- калифорний-252;
- литий-6;
- тритий;
- дейтерий, за исключением дейтерия, содержащегося в тяжелой воде;
- тяжелую воду.

5.1.2 СИУК ЯМ должна обеспечить получение данных:

- о количестве, элементном и изотопном составе ядерных материалов, находящихся, производимых, получаемых или отправляемых из ЗБМ;
- о фактически наличном количестве ядерных материалов в ЗБМ при проведении физических инвентаризаций;
- о погрешностях результатов измерений ядерных материалов в ЗБМ;
- об инвентаризационной разнице и ее погрешности.

5.1.3 На основе данных, полученных в результате выполняемых с использованием средств СИУК ЯМ учетных измерений, проводят учет ЯМ в ЗБМ предприятия, определяют инвентаризационную разницу между учетным и фактически наличным количеством ЯМ и ее погрешность при проведении физической инвентаризации в ЗБМ, выполняют сравнение инвентаризационной разницы с критериями обнаружения аномалий.

5.2 Общие требования к системе измерений

5.2.1 Организация и функционирование системы измерений ЯМ в целях учета и контроля осуществляется на основе всех применимых нормативных и руководящих документов, включая перечисленные в разделе 2. При выполнении учетных и проверочных измерений должны применяться документы государственного и (или) отраслевого уровня. При выполнении подтверждающих измерений допускается применение также документов уровня предприятия.

5.2.2 Система измерений должна обеспечивать выполнение измерений количественных характеристик ЯМ с точностью, установленной для каждой ЗБМ.

5.2.3 МВИ и СО должны быть метрологически аттестованы, средства измерений должны быть калиброваны или поверены в соответствии с действующими нормативными документами.

5.2.4 Система измерений ЯМ должна обеспечивать единство измерений на различных уровнях: государственном, ведомственном, эксплуатирующих организаций и предприятий.

5.2.5 На отраслевом уровне должен осуществляться метрологический контроль и надзор за качеством измерений на предприятиях путем:

- оценки состояния измерений (аттестованы) в измерительных лабораториях или их аккредитации;
- аккредитации метрологических служб;
- межлабораторных сличений результатов измерений.

5.2.6 СИУК ЯМ должна обеспечивать передачу результатов измерений в требуемом формате в систему учета и контроля ЯМ.

5.3 Организационная структура системы измерений на ведомственном уровне

5.3.1 Организационная структура СИУК ЯМ Минатома России представлена на рисунке 1.



Рисунок 1 - Организационная структура системы измерений ЯМ

5.3.2 Минатом России осуществляет координацию и организационно-методическое руководство работами по созданию СГУК ЯМ, в том числе по методическому, аппаратурному и метрологическому обеспечению измерений и подготовке кадров, включая:

- организационно-методическое руководство головными организациями и другими органами, на которые возложено выполнение этих задач;
- организационно-методическое руководство работами по обеспечению единства измерений, контроль деятельности головных и базовых организаций;
- метрологической службы Минатома России и научных центров по метрологическому обеспечению Минатома России;
- проведение метрологического контроля и надзора на предприятиях и в организациях Минатома РФ за выпуском, состоянием и применением СИ, МВИ, эталонов единиц величин, СО состава и свойств веществ и материалов; за соблюдением метрологических правил и норм;
- проведение анализа состояния СИ в отрасли и разработка отраслевых программ метрологического обеспечения;

- организацию и проведение работ по аккредитации головных и базовых организаций метрологической службы Минатома России; по аккредитации аналитических, измерительных и испытательных лабораторий, лабораторий поверки (калибровки) СИ и аттестованы СО состава и свойств веществ и материалов;

- создание учебно-методических центров по подготовке специалистов в области учета и контроля ЯМ.

5.3.3 Головные организации Минатома России, на которые в отраслевой системе учета и контроля ЯМ возложены функции:

- методического и метрологического обеспечения измерений;
- аппаратного обеспечения измерений;
- сертификации средств измерений;
- подготовки специалистов

осуществляют организацию и выполнение работ по закрепленной за ними тематике в соответствии с утвержденными программами и положениями о головных организациях.

5.3.4 Центральная головная организация метрологической службы Минатома России:

- осуществляет организационно-методическое руководство головными и базовыми организациями метрологических служб отрасли по вопросам метрологического обеспечения, проводит их аккредитацию и осуществляет контроль их деятельности;

- осуществляет функции органа по аккредитации измерительных лабораторий, ведет отраслевой реестр аккредитованных измерительных лабораторий;

- организует разработку средств измерений, в том числе СО состава и свойств веществ и материалов, проводит их аттестацию, ведет отраслевой реестр стандартных образцов;

- организует разработку и внедрение отраслевых МВИ, проводит их метрологическую аттестацию, ведет отраслевой реестр аттестованных МВИ.

5.3.5 Отраслевая аналитическая лаборатория:

- осуществляет методологическое обеспечение процессов измерения;
- осуществляет сбор и анализ данных по действующим на предприятиях системам измерений для целей учета и контроля ЯМ;

- участвует в определении основных направлений совершенствования методического и приборного обеспечения СИУК ЯМ;

- осуществляет разработку нормативной документации в области методического обеспечения СИУК ЯМ;

- осуществляет разработку и внедрение МВИ для СИУК ЯМ;

- проводит измерения характеристик ЯМ в целях проверки их учета на предприятиях Минатома России и по заявкам сторонних организаций;

- проводит проверочные (арбитражные) и подтверждающие измерения характеристик ЯМ по заявкам предприятий Минатома России, Госатомнадзора России и других министерств и ведомств.

5.3.6 Отраслевая научно-исследовательская лаборатория ядерной метрологии:

- осуществляет координацию деятельности и организационно-методическое руководство измерительными лабораториями предприятий отрасли по вопросам метрологического обеспечения;

- осуществляет разработку, изготовление и аттестацию стандартных образцов для ядерного топливного цикла Минатома России;

- участвует в организации межлабораторных программ по оценке качества измерений в измерительных лабораториях Минатома России и участвует в международных программах по оценке качества измерений.

5.4 Требования к организации системы измерений на предприятии

5.4.1 На предприятии должен быть назначен ответственный за организацию и функционирование СИУК ЯМ.

5.4.2 На предприятии должны быть разработаны и утверждены программы измерений для каждой ЗБМ, включающие в себя перечни КТИ, применяемых методик пробоотбора, МВИ, СИ и вспомогательного оборудования, СО, сведения о периодичности проведения измерений, показатели требуемой и достигнутой точности, сроки и форму представления результатов измерений.

5.4.3 Все измерения должны проводиться в соответствии с программой измерений.

5.4.4 Измерения осуществляются непосредственно в КТИ или после пробоотбора в измерительных лабораториях (службах) предприятий.

5.4.5 МВИ, используемые на предприятии, должны обеспечивать проведение в КТИ учетных и подтверждающих измерений.

5.4.6 допускается использование результатов предыдущих измерений количественных характеристик ЯМ, если их достоверность подтверждена надлежащим применением средств контроля доступа или соответствующими подтверждающими измерениями.

5.4.7 Допускается использовать результаты измерений, выполненных в КТИ с целью контроля качества готовой продукции, для целей учета и контроля ЯМ.

5.4.8 На предприятии должна быть разработана и внедрена программа (программы) контроля качества измерений, содержащая график калибровки или поверки СИ, планы пересмотра и переаттестованы МВИ и СО, планы внутреннего оперативного контроля качества измерений и т.п.

Программой должны предусматриваться:

- контроль качества проведения измерений для подтверждения правильности, сходимости и погрешности их результатов;
- контроль сходимости и погрешности результатов измерений влияющих факторов (объема, температуры, давления, уровня, плотности и т.п.).

5.4.9 Метрологическое обеспечение измерений осуществляет МС предприятия.

6 Элементы системы измерений

Основными элементами СИУК ЯМ являются:

- пробоотбор;
- МВИ;
- СИ и вспомогательное оборудование;
- СО;
- обеспечение качества измерений;
- персонал.

6.1 Пробоотбор

6.1.1 Процедура пробоотбора должна обеспечить получение представительной пробы, ее прослеживаемость и транспортабельность.

6.1.2. На предприятии разрабатывается и утверждается инструкция, регламентирующая процедуру пробоотбора, консервации и транспортировки образцов и определяющая количество отбираемого материала каждого вида для каждой точки пробоотбора. В инструкции должны быть отражены минимальные количества отбираемых проб в зависимости от агрегатного состояния и степени неоднородности ЯМ, маркировка упаковки и правила передачи и оформления проб.

6.1.3 При хранении и транспортировании отобранных проб к месту осуществления измерений необходимо обеспечить прослеживаемость проб путем использования упаковочных комплектов с необходимой маркировкой и применением УИВ.

6.1.4 Порядок проведения пробоотбора описан в приложении А.

6.2 Методики выполнения измерений

6.2.1 Требования к выбору МВИ

6.2.1.1 МВИ и СИ выбирают в соответствии с действующими документами по выбору МВИ и СИ данного вида, а при отсутствии таких документов - в соответствии с общими рекомендациями по [6]. Типы СИ, используемых для учетных измерений, должны быть утверждены Госстандартом России в соответствии с [7], а СО - в соответствии с ГОСТ 8.315 или ОСТ 95 10319, аттестованные смеси - в соответствии с [8].

6.2.1.2 Выбор МВИ должен осуществляться таким образом, чтобы они позволяли измерять характеристики контролируемого материала на требуемом уровне точности в зависимости от категории материала. МВИ должны обеспечивать точность учета ЯМ, установленную для каждой конкретной ЗБМ. Ответственность за выбор и квалификационную оценку методик измерения несет руководство предприятия. При выборе МВИ рекомендуется пользоваться целевыми значениями уровней точности измерения характеристик ЯМ, рекомендованными национальными и международными организациями и приложением Б.

6.2.1.3 Допускается использование расчетных методик определения количества ЯМ для целей их учета и контроля в тех случаях, когда невозможно провести измерения, например, в отложениях в технологическом оборудовании.

6.2.2 Виды измерений

6.2.2.1 В СИУК ЯМ проводят учетные, подтверждающие и проверочные (арбитражные) измерения.

6.2.2.2 Учетные измерения количественных характеристик ЯМ в балк-форме и в учетных единицах проводят при постановке ЯМ на учет и при снятии с учета. Результаты измерений вносятся в учетные документы, для учетных и проверочных измерений используют, как правило, разрушающие методы анализа.

6.2.2.3 Проверочные (арбитражные) измерения проводят в случае выявления аномалий и расхождений в процессе проведения физической инвентаризации и при передачах ЯМ.

6.2.2.4 Погрешность проверочных измерений, выполняемых для коррекции учетных записей, должна быть не более погрешности первоначально применявшейся МВИ.

6.2.2.5 Подтверждающие измерения значений параметров проводят при проведении физической инвентаризации и при передачах ЯМ.

6.2.2.6 МВИ, используемые при выполнении подтверждающих измерений, должны обеспечивать возможность определения наличия или отсутствия той или иной количественной характеристики материала. для подтверждающих измерений, как правило, используют неразрушающие методы анализа.

6.2.2.7 МВИ, используемые для целей учета и контроля ЯМ, применяются для:

- измерения массы ЯМ;
- измерения других количественных характеристик ЯМ (обогащение, изотопный состав, содержание ЯМ и др.).

Перечень основных методов неразрушающего и разрушающего анализа, используемых в СИУК ЯМ, приведен в приложении Б.

6.2.3 Общие требования к методикам выполнения измерений

6.2.3.1 МВИ должны соответствовать общим требованиям ОСТ 95 10351 и содержать указание о возможности применения в СГУК ЯМ. МВИ для учетных и проверочных (арбитражных) измерений должны иметь уровень не ниже отраслевого. Для подтверждающих измерений допускается использование МВИ уровня предприятия.

6.2.3.2 Построение, содержание и изложение документов, регламентирующих МВИ, должны соответствовать требованиям [ГОСТ Р 8.563](#), ОСТ 95 924.

6.2.3.3 МВИ подлежат метрологической аттестованы в соответствии с [ГОСТ Р 8.563](#), ОСТ 95 10430.

6.2.3.4 Впервые разработанные МВИ отраслевого уровня, предназначенные для использования в СИУК ЯМ, должны быть рассмотрены и рекомендованы к использованию головной организацией Минатома России по методическому обеспечению.

6.2.3.5 Разработка МВИ для прямых измерений (взвешивания) не требуется. В этих случаях достаточно лишь указание в технологической документации типов и основных метрологических характеристик средств измерений. Процедура и периодичность контроля погрешности результатов выполнения таких измерений устанавливается метрологической службой предприятия.

6.2.4 Содержание документов, регламентирующих МВИ

6.2.4.1 Наименование документа на МВИ должно соответствовать требованиям [ГОСТ Р 8.563](#), приложение В. допускается отражать в наименовании специфику измеряемой величины.

6.2.4.2 Подробные рекомендации по содержанию разделов МВИ изложены в ОСТ 95 924 и [ГОСТ Р 8.563](#), приложение В.

6.2.5 Порядок разработки МВИ

6.2.5.1 Разработку МВИ осуществляют в соответствии с требованиями [ГОСТ Р 8.563](#) на основе исходных данных, которые включают: назначение МВИ, требования к погрешности измерений, условия измерений и другие требования к МВИ.

6.2.5.2 Исходные данные на разработку МВИ излагают в ТЗ. ТЗ на разработку МВИ отраслевого уровня должны быть согласованы головной организацией Минатома России по измерениям.

6.2.5.3. Способы выражения приписанных характеристик погрешности измерений должны соответствовать заданным в исходных требованиях. Если требования не заданы, то приписанные характеристики могут быть выражены в соответствии с [9] и [10]. Если оценка погрешности выходит за заданные пределы, то погрешность измерений может быть уменьшена в соответствии с рекомендациями [11]. При разработке МВИ способы оценивания погрешности могут быть выбраны в соответствии с требованиями [ГОСТ Р 8.563](#), приложение Б и ОСТ 95 10430.

6.2.6. Аттестация МВИ

6.2.6.1 Основная цель аттестованы МВИ - подтверждение возможности измерений по данной МВИ с погрешностью результата измерений, не превышающей указанную в документе, регламентирующем МВИ.

6.2.6.2 Аттестацию МВИ проводят МС предприятий (организаций), аккредитованные на право аттестованы МВИ. Материалы аттестованы МВИ отраслевого уровня проходят обязательную метрологическую экспертизу в ЦГОМС. МВИ уровня предприятия метрологическую экспертизу в ЦГОМС не проходят.

6.2.6.3 МВИ отраслевого уровня должны проходить аттестацию в соответствии с требованиями ОСТ 95 10430.

6.2.6.4 МВИ уровня предприятия должны проходить аттестацию в соответствии с порядком, установленным на предприятии.

6.2.7 Стандартизация МВИ

6.2.7.1 Существуют три уровня стандартизации МВИ: государственный, отраслевой и уровень предприятия.

6.2.7.2 Стандартизация МВИ на государственном уровне означает оформление МВИ в виде государственного стандарта. МВИ на отраслевом уровне оформляют в виде стандарта отрасли или отраслевой инструкции. МВИ на уровне предприятия оформляют в виде стандарта предприятия.

6.2.7.3 МВИ в виде стандарта отрасли выпускают в соответствии с ОСТ 95 10450. МВИ в виде отраслевой инструкции выпускают в соответствии с приложением В.

6.2.7.4 МВИ в виде стандарта предприятия выпускают в соответствии с порядком, принятым на предприятии.

6.2.8 Общие требования к расчетным методам определения количества ЯМ

6.2.8.1 Применение расчетных методов определения количества ЯМ допускается при осуществлении учета и контроля ЯМ только в случаях, когда невозможно провести измерения состава и количества ЯМ.

6.2.8.2 Расчетные методики, используемые в КТИ ЗБМ, должны быть оформлены в виде отдельных инструкций и утверждены в установленном порядке.

6.2.8.3 Расчетные методики, допущенные к использованию в целях учета и контроля ЯМ, должны содержать алгоритмы оценки погрешности расчетных параметров ЯМ.

6.2.8.4 Расчетные методики должны разрабатываться с учетом статистических данных, накопленных в процессе проведенных измерений на входе и выходе технологических линий, установок и аппаратов, и с учетом результатов измерений содержания ЯМ в оборудовании при проведении ремонтно-профилактических работ.

6.2.8.5 Программные средства, применяемые для расчета количества ЯМ, должны быть аттестованы в соответствии с [12].

6.2.9 документирование результатов измерений и расчетов

6.2.9.1 Результаты выполненных измерений и расчетов оформляют в виде протоколов. Наиболее распространенными видами протоколов являются:

- протокол результатов взвешивания;
- протокол результатов измерения по МВИ;

6.2.9.3 Протокол результатов измерения по МВИ должен содержать:

- идентификационный номер пробы или УЕ;
- вид ЯМ;
- дату отбора пробы;
- дату измерения;
- наименование и регистрационный номер МВИ;
- тип, заводской и инвентарный номера СИ;
- результат измерения с указанием погрешности;
- подпись лица, выполнившего измерения.

6.2.9.4 Протокол результатов расчетов должен содержать:

- наименование и идентификационный номер объекта учета;
- вид ЯМ;
- дату проведения расчетов;
- наименование и регистрационный номер методики расчета;
- результаты расчетов с указанием погрешности;
- подпись лица, выполнившего расчеты.

6.3 Средства измерений

6.3.1 Общие требования

6.3.1.1 Разработка СИ должна проводиться в соответствии с действующими нормативными документами, содержащими требования к:

- конструктивному исполнению;
- безопасности;
- условиям эксплуатации;
- надежности;
- техническому обслуживанию;
- маркировке и упаковке;
- транспортированию и хранению;
- эксплуатационной и ремонтной документации.

6.3.1.2 Вновь разрабатываемые СИ, включенные в номенклатуру [13], подлежат обязательной сертификации в системе сертификации ОИТ.

6.3.1.3 СИ, используемые для учетных измерений, должны быть испытаны на утверждение типа в соответствии с [7] и внесены в Государственный реестр.

6.3.1.4 для подтверждающих измерений допускается использование нестандартных или импортных средств измерения, прошедших метрологическую аттестацию или калибровку (поверку). Аттестацию специальных СИ проводят одновременно с аттестацией МВИ в соответствии с ОСТ 95 10430.

6.3.1.5 В комплект СИ должны входить следующие эксплуатационные документы, разработанные в соответствии с ГОСТ 2.601:

- руководство по эксплуатации;
- инструкция по монтажу, пуску, регулированию и обкатке измерительного прибора;
- паспорт.

В комплект СИ, подназначенных для проведения учетных измерений, должна входить методика поверки, которая может быть выполнена или отдельным документом, или специальным разделом в руководстве по эксплуатации.

6.3.1.6 Находящиеся в эксплуатации СИ должны быть калиброваны или поверены.

6.3.1.7 Для СИ, используемых в сфере учета и контроля ЯМ, обязательна калибровка или поверка. Поверка проводится для тех СИ, которые не подвергаются калибровке.

6.3.1.8 Отнесение СИ к обязательной калибровке или поверке находится в компетенции Главного метролога предприятия.

6.3.1.9 СИ, поступившие после ремонта, должны подвергаться первичной калибровке или поверке.

6.3.2 Калибровка средств измерений

6.3.2.1 Калибровку средств измерений на предприятиях проводят МС предприятий, аккредитованные на этот вид деятельности. В том случае, если МС предприятия не аккредитована на право калибровки СИ, проводят поверку СИ.

6.3.2.2 Порядок проведения калибровки СИ - в соответствии с [14].

6.3.2.3 После проведения калибровки средства измерения МС оформляет свидетельство о калибровке и ставит клеймо.

6.3.2.4 В лабораториях, аккредитованных в системе СААЛ, допускается увеличивать межкалибровочный интервал для СИ, задействованных в МВИ, входящих в область аккредитации.

6.3.3 Поверка средств измерений

6.3.3.1 Поверку средств измерений на предприятиях проводят МС, аккредитованные на этот вид деятельности уполномоченным государственным органом или отраслевым центром по аккредитации МС, в соответствии с [15].

6.3.3.2 Порядок проведения поверки СИ - в соответствии с [16].

6.3.3.3 После проведения поверки средства измерения МС оформляет свидетельство о поверке и ставит клеймо.

6.3.3.4 В лабораториях, аккредитованных в системе СААЯ, допускается увеличивать межповерочный интервал для СИ, задействованных в МВИ, входящих в область аккредитации.

6.3.4 Градуировка средств измерений

6.3.4.1 Построение градуировочной характеристики осуществляется путем установления параметров функциональной зависимости при статистической обработке результатов измерений образцов для градуировки. Градуировочная характеристика должна охватывать весь диапазон изменений измеряемой величины. Порядок и методы построения градуировочной зависимости изложены в приложении Г.

6.3.4.2 После построения градуировочной характеристики ее функциональная зависимость должна быть зарегистрирована в специальном журнале градуировок или в рабочем журнале с указанием даты и исполнителя, проводившего построение градуировочной характеристики. допускается ведение журнала градуировок в электронном виде.

6.3.4.3 Погрешность градуировочной характеристики должна быть определена для всего диапазона измерений по МВИ.

6.3.4.4 Значения погрешности должны быть зарегистрированы вместе с самой градуировочной зависимостью.

6.4 Стандартные образцы

6.4.1 Общие требования

6.4.1.1 При измерениях в целях учета и контроля ЯМ могут использоваться СО трех категорий:

государственные, отраслевые и стандартные образцы предприятий. ГСО предназначены для применения в МВИ любого уровня утверждения. ОСО предназначены для применения в МВИ отраслевого уровня и уровня предприятия. СОП предназначены для применения в МВИ уровня предприятия.

6.4.1.2 СО, применяемым при измерениях в целях учета и контроля ЯМ, кроме категории, в зависимости от погрешности аттестованного значения и области применения, может быть присвоен разряд в соответствии с действующими нормативными документами.

6.4.1.3 СО должны быть метрологически аттестованы. В свидетельстве на СО конкретных типов должны быть приведены нормированные метрологические характеристики СО из числа следующих:

- значение апестуемой характеристики СО;
- погрешность апестованного значения СО;
- погрешность от неоднородности материала (вещества) СО;
- срок годности экземпляра СО.

6.4.1.4 При проведении исследований по установлению аттестованных характеристик конкретного СО обязательно использование СО более высокого разряда по сравнению с тем, который предполагается установить для данного.

6.4.2. Порядок разработки, аттестации и регистрации СО

6.4.2.1. Разработку и аттестацию ГСО и ОСО осуществляют МС предприятий, аккредитованные на этот вид деятельности.

6.4.2.2 Разработку и аттестацию ОСО проводят в соответствии с ОСТ 95 10319 и [17]. Регистрацию и учет ОСО проводят в соответствии с РД 95 10396.

6.4.2.3 Разработку и аттестацию СОП проводят в соответствии с порядком, утвержденным на предприятии. Регистрацию и учет СОП проводят МС предприятий-разработчиков.

6.5 Обеспечение качества измерений

6.5.1 Общие требования к лабораториям

6.5.1.1 Лаборатории, выполняющие измерения для целей учета и контроля ядерных материалов, должны быть аккредитованы в системе аккредитации аналитических лабораторий (центров) Госстандарта России в соответствии с [18].

6.5.1.2 Подготовительным этапом к аккредитации в СААЛ является оценка состояния измерений. Оценка состояния измерений представляет собой комплексную проверку состояния метрологического обеспечения лаборатории.

6.5.1.3 Оценку состояния измерений проводят в соответствии с ОСТ 95 10398.

6.5.1.4 По результатам оценки состояния измерений лаборатории выдается свидетельство со сроком действия до 5 лет с приложением области аттестованы (перечнем объектов и контролируемых в них показателей).

6.5.1.5 ЦГОМС ведет отраслевой реестр и банк данных по лабораториям, проходящим оценку состояния измерений.

6.5.2 Аккредитация лабораторий

6.5.2.1 Аккредитацию измерительных лабораторий предприятий Минатома России, выполняющих измерения для целей учета и контроля ядерных материалов, проводит ЦГОМС, аккредитованная Госстандартом России в качестве органа по аккредитации измерительных лабораторий в СААЛ.

6.5.2.2 Лаборатории могут быть аккредитованы на срок не более 5 лет. Конкретный срок устанавливает ЦГОМС в процессе аккредитации.

6.5.2.3 Аккредитацию в СААЛ проводят в соответствии с [18].

6.5.2.4 По результатам аккредитации Госстандарт России выдает лаборатории свидетельство об аккредитации с приложением области аккредитации (перечнем объектов и контролируемых в них показателей).

6.5.2.5 ЦГОМС направляет аттестат аккредитации и согласованный паспорт и положение о лаборатории в аккредитованную лабораторию, после чего руководитель аккредитованной лаборатории утверждает паспорт и положение.

6.5.2.6 Инспекционный контроль за аккредитованными лабораториями осуществляет ЦГОМС или по ее поручению - головные или базовые организации метрологической службы Минатома России.

6.5.3 Аккредитация метрологических служб

6.5.3.1 Аккредитацию метрологических служб Минатома России на право поверки СИ проводят в соответствии с отраслевым графиком аккредитации. График разрабатывается ЦГОМС один раз в 5 лет, согласуется с Госстандартом России и утверждается руководством Минатома России.

6.5.3.2 Аккредитацию на право калибровки СИ осуществляет уполномоченный на то государственный орган или отраслевой центр по аккредитации.

6.5.3.3 Аккредитацию метрологических служб Минатома России на право калибровки СИ проводят в соответствии с отраслевым графиком аккредитации. График разрабатывается ЦГОМС один раз в 5 лет и утверждается руководством Минатома России.

6.5.3.4 Аккредитацию МС на техническую компетентность в области измерений для целей учета и контроля ЯМ проводят в соответствии с приложением Д.

6.5.4 Внутренний контроль качества измерений

6.5.4.1 Контроль показателей качества результатов измерений проводят с целью обеспечения требуемой точности результатов измерений при учете и контроле ядерных материалов.

6.5.4.2 Объектами внутреннего контроля являются результаты измерений, получаемые в аналитической лаборатории и в КТИ ЗБМ.

6.5.4.3 Внутренний контроль показателей качества результатов измерений проводят путем оценки соответствия характеристик погрешности (или ее составляющих) результатов измерений, выполняемых для целей контроля, характеристикам погрешности МВИ.

6.5.4.4 Внутренний контроль предусматривает реализацию следующих форм контроля:

- оперативный контроль (сходимости, воспроизводимости и погрешности);
- статистический контроль (выборочный статистический контроль сходимости, воспроизводимости, точности, периодическая проверка качества выполнения процедуры измерения).

6.5.4.5 ВОК проводят с целью предупредительного контроля и служит для принятия оперативных мер в ситуациях, когда погрешности контрольных измерений не соответствуют нормативам контроля.

6.5.4.6 ВСК проводят с целью оценки качества измерений ядерных материалов, выполненных за контролируемый период, и эффективного управления этим качеством.

6.5.4.7 Порядок проведения и правила обработки результатов оперативного и статистического контроля - в соответствии с ОСТ 95 10289.

6.5.5 Порядок организации межлабораторных сличений результатов измерений

6.5.5.1 Межлабораторные сличения применяют для:

- определения способности лаборатории проводить измерения;
- установления эффективности и сравнения разрабатываемых МВИ;
- выявления различий между лабораториями;
- выявления в лабораториях проблем, связанных с правильностью измерений.

6.5.5.2 Межлабораторные сличения проводит координатор. В качестве координатора могут выступать либо орган по аккредитации лабораторий в системе СААЛ (ЦГОМС), либо организации или предприятия, аккредитованные в качестве координатора.

6.5.5.3 Порядок проведения межлабораторных сличений - в соответствии с [19].

6.5.5.4 При организации межлабораторного сличения координатор разрабатывает программу сличения, соответствующую цели конкретной проверки на качество измерений.

6.5.5.5 Программа сличения должна содержать следующую информацию:

- информационные данные о координаторе и о лабораториях, участвующих в программе проверки на качество проведения измерений;
- описание природы образцов, способов получения, обработки, проверки и транспортирования;
- календарный план для различных этапов подготовки и проведения измерений;
- формы представления результатов измерений.

6.5.5.6 По результатам межлабораторных сличений координатор выпускает отчет, содержащий информацию в соответствии с [19], который рассылается на предприятия-участники, а также могут быть сделаны выводы о технической компетенции участников.

6.6 Требования к персоналу

6.6.1 К выполнению измерений допускаются лица:

- не имеющие по состоянию здоровья противопоказаний к работе с источниками ионизирующих излучений;
- не моложе 18 лет;
- имеющие квалификацию не ниже оговоренной в МВИ и имеющие практический опыт работы с ЯМ.

6.6.2 На предприятии должна быть разработана и утверждена руководством программа обучения и аттестованы персонала, проводящего измерения для целей учета и контроля ЯМ.

6.6.3 Программа обучения и аттестованы персонала должна предусматривать:

- критерии отбора персонала для проведения измерений для целей учета и контроля ЯМ;
- обучение, обеспечивающее необходимую квалификацию персонала для проведения пробоотбора и измерений для целей учета и контроля ЯМ;
- аттестацию персонала на право проведения измерений;
- периодическую проверку квалификации и переаттестацию персонала.

6.6.4 Лица, прошедшие обучение и аттестацию, должны получать соответствующее свидетельство.

6.6.5 Переаттестация персонала, выполняющего измерения для целей учета и контроля, должна проводиться не реже одного раза в 3 года.

Приложение А **(обязательное)**

Порядок проведения пробоотбора

А.1 Пробоотбор состоит из отбора первичной пробы от большой массы вещества и сокращение различными методами до усредненной пробы, которую и используют для анализа. В случае однородного материала допускается использование первичной пробы в качестве усредненной без дополнительного сокращения.

А.2 Усредненная проба должна обеспечивать представительность и иметь необходимую массу для регламентированного методикой количества параллельных определений.

А.2.1 для получения представительной первичной пробы необходимо выполнять следующие условия:

- первичную пробу следует брать тем большего объема, чем более крупнозернистым является материал;
- следует отбирать возможно большее число проб из разных мест контролируемого материала для формирования первичной пробы (в случае неоднородных твердых материалов);
- отдельные пробы, отобранные для проведения одного вида анализа, должны иметь один и тот же объем в пределах погрешности измерений;
- отбор проб из конуса контролируемого материала необходимо проводить из нескольких точек (3) в различных аксиальных и вертикальных положениях в пределах материала;
- если сыпучие или жидкие материалы расфасованы, то пробы отбирают из разных фасовок не менее 5 % от их общего числа, но не менее трех;
- растворы должны быть гомогенизированы до осуществления пробоотбора путем воздушного барботажа, циркуляции или механического перемешивания;

- одиночная проба массой от 5 до 10 г может быть отобрана от материала, признанного гомогенным. Гомогенность материала устанавливают предварительно в соответствии с инструкцией по пробоотбору, действующей на предприятии.

А.2.2 Если в ЯМ в балк-форме отсутствуют металлические примеси, но возможно их попадание в пробу в процессе ее отбора, то для очистки отобранных проб от посторонних металлических частиц используют магнитную сепарацию.

А.2.3 При хранении и использовании усредненной пробы соблюдают следующие условия:

- условия хранения должны обеспечить неизменность химического состава отобранных проб в течение всего срока хранения;

- пробы помещаются в закрывающиеся контейнеры, соответствующие количеству пробы;

- каждую пробу снабжают этикеткой, на которой указывается название пробы и ее происхождение, дата отбора и цель анализа, а также обеспечены другие условия идентификации проб в соответствии с действующим на предприятии порядком;

- количество усредненной пробы должно быть достаточным для выполнения анализа на все элементы с учетом двух-трех параллельных определений;

- для учетных измерений получают одну усредненную пробу;

- при инспекциях получают две параллельные усредненные пробы: одна хранится, другая используется для измерения характеристик ЯМ.

А.2.4 Для следующих объектов осуществление пробоотбора является нежелательным или некорректным:

- изделий, от которых невозможно провести пробоотбор без разрушения самого изделия (например, стержни, сборки);

- гетерогенных материалов в малых количествах, от которых представительные образцы не могут быть отобраны;

- гетерогенных материалов в больших количествах, которые не могут быть взвешены, например, отходы, но от которых возможен пробоотбор.

Для измерения подобных материалов в целях учета и контроля должны использоваться неразрушающие методы.

А.3 Допускается использование одной пробы, отобранной в КТИ, для проведения учетных измерений ЯМ и измерений ЯМ по программе обеспечения качества продукции.

Приложение Б (справочное)

Методы измерений, используемые для целей учета и контроля ЯМ

Таблица Б. 1 - Разрушающие методы анализа

Метод	Измеряемая характеристика	Вид ЯМ	Относительная погрешность методик, при доверительной вероятности 0,95, %
Гравиметрия	Содержание урана, плутония, нептуния, тория	Сплавы, соединения и растворы урана. Чистые соединения и растворы плутония, нептуния и тория (используется как арбитражный)	0,05 - 0,5
Титриметрия	Содержание урана, нептуния	Оксиды, сплавы, растворы, концентраты урана и уран-плутония. Металлический нептуний, его оксиды и соли	0,3 - 2
Купонометрия	Содержание урана, плутония, нептуния	Оксиды и соли урана, нептуния и плутония, смешанное оксидное топливо	0,2 - 0,6
Экстракционная хроматография со спектрофотометрическим окончанием	Содержание урана	Рафинаты и жидкие отходы	5 - 10
Спектрофотометрия	Содержание урана, плутония и нептуния	Растворы ЯМ	0,2 - 5
Экстракционная хроматография с изотопным разбавлением и гамма-спектрометрическим окончанием	Содержание нептуния	Растворы плутония	6 - 30
Экстракционная хроматография с альфа-спектрометрическим окончанием	Содержание плутония	Растворы плутония	5 - 20
Масс-спектрометрия: Термоионизационная	Изотопный состав урана, плутония и лития	Металлический уран, плутоний и литий и их соединения	0,005 - 0,2

Методом изотопного разбавления	Содержание урана, плутония	Твердые ЯМ и растворы (вспомогательный метод)	1 - 1,5
Методом ионизации электронным ударом	Содержание трития	Материалы, содержащие тритий	0,8 - 20
	Содержание дейтерия	Материалы, содержащие дейтерий (>35 %)	0,8
Гамма-спектрометрия (пробоотборная)	Содержание U, Np, Pu, ²⁴¹ Am Изотопный состав Am	Технологические растворы	5 - 30 5 - 15
Альфа-спектрометрия	Массовые доли ²³² U и ²³⁴ U, ²³⁸ Pu и ²³⁶ Pu	Урановые ЯМ Плутониевые ЯМ	3 - 5 (²³⁴ U, ²³⁸ Pu) 10 - 25 (²³² U, ²³⁶ Pu)
ИК-спектрометрия	Содержание дейтерия	Тяжелая вода	0,03 - 0,2
Флотационный метод	Массовая доля ⁵ Li	Металлический литий и его соединения	0,003 - 0,07

Таблица Б.2 - Неразрушающие методы анализа

Метод	Измеряемая характеристика	Вид ЯМ	Относительная погрешность методик, при доверительной вероятности 0,95, %
Гамма-спектрометрия сцинтилляционная	Обогащение урана	Металлический уран, его соединения и сплавы Технологические растворы	1 - 5 1 - 30
полупроводниковая	Содержание U или Pu Обогащение урана Изотопный состав плутония	Твердые отходы в контейнерах Отложения Металлический уран, его соединения и сплавы Металлический плутоний, его соединения и сплавы, растворы, отходы	10 - 30 15 - 30 0,5 - 5 0,2 - 5
	Содержание U или Pu	Твердые отходы в контейнерах Отложения	5 - 25 5 - 30
Нейтронные методы Нейтронорадиометрия	Концентрация Pu	Растворы Pu в технологических аппаратах	5 - 10
Пассивные совпадения	Масса Pu	Металлический Pu, его соединения, сплавы скрап и отходы Pu	1 - 4 2 - 25
Активные совпадения	Масса U	Металлический уран таблетки ВОУ скрап, отходы ВОУ оксиды НОУ скрап, отходы НОУ	1 - 10 1 - 5 5 - 25 5 - 10 10 - 50
Комбинированный рентгенофлуоресцентный (с источником на пропускание)	Содержание U и/или Pu	Растворы U и/или Pu, смешанные растворы	1 - 3
Комбинированный рентгенофлуоресцентный и метод К-края поглощения	Содержание U и/или Pu	Растворы U и/или Pu, смешанные растворы	0,2 - 1
Гамма-абсорбционный	Концентрация U и Pu	Растворы U и Pu	0,5 - 5
Калориметрия	Масса плутония	Металлический Pu, его соединения, сплавы скрап	0,5 - 1
Взвешивание	Масса ЯМ	Любые ЯМ в любой химической и физической форме	0,01 - 0,5

Приложение В (обязательное)

Порядок оформления МВИ в виде отраслевой инструкции

В.1 Выпуск МВИ в виде ОИ включает в себя следующие этапы:

- разработка, согласование и утверждение ТЗ на разработку ОИ. Содержание ТЗ должно соответствовать ОСТ 95 10450. ТЗ согласуется МС предприятия, утверждается руководителем предприятия и отправляется на метрологическую экспертизу в ЦГОМС;

- проведение метрологической экспертизы ТЗ в ЦГОМС;
- разработка проекта ОИ в соответствии с ТЗ;
- согласование проекта ОИ МС предприятия;
- подписание проекта (организация-исполнитель);
- направление проекта ОИ (первой редакции) и материалов аттестованы МВИ на экспертизу в ЦГОМС;
- внесение изменений в соответствии с экспертным заключением, разработка второй (окончательной) редакции проекта ОИ;
- проведение нормоконтроля второй редакции проекта ОИ на предприятии;
- согласование второй редакции ОИ метрологической службой предприятия. Утверждение ОИ руководством предприятия;
- направление окончательной редакции ОИ на регистрацию в ЦГОМС.

В.2 При переводе разработанной и аттестованной на предприятии МВИ в ОИ ТЗ допускается не разрабатывать.

Приложение Г **(справочное)**

Порядок и методы построения градуировочных характеристик

Г.1 Порядок построения градуировочной зависимости должен быть изложен в тексте МВИ. В том случае, если порядок построения градуировочной зависимости заранее не регламентирован (градуировка может быть встроенной в средство измерения), следует придерживаться следующего порядка:

- определение функционального вида градуировочной характеристики;
- выбор метода оценивания градуировочной характеристики по экспериментальным данным;
- построение градуировочной характеристики выбранного вида;
- оценивание погрешности построенной градуировочной характеристики в соответствии с ОСТ 95 10430;
- проверка правильности выбора вида зависимости;
- проверка согласия построенной градуировочной характеристики с имеющейся ранее градуировочной характеристикой или номинальной градуировочной характеристикой. Проверка согласия проводится для устойчивых градуировочных характеристик, используемых в течение длительного промежутка времени. Для неустойчивых градуировочных характеристик, которые устанавливаются непосредственно перед каждым измерением, оценку согласия не проводят.

Г.2 Алгоритмы построения градуировочных характеристик и расчетов ее погрешности рекомендуется реализовывать в виде программы для ЭВМ. Лаборатория может использовать либо признанную на отраслевом уровне программу, либо программу собственной разработки, аттестованную в установленном порядке.

Г.3 Для градуировки должны применяться стандартные образцы по [ГОСТ 8.315](#) или смеси, аттестованные по ОСТ 95 10430, адекватные по своему составу объектам измерений.

Г.4 Градуировочные характеристики по виду зависимости классифицируются следующим образом:

- линейные;
- приводимые к линейным;
- полиномиальные;
- сплайн интерполяционные;
- более сложного вида.

Г.5 При измерениях в целях учета и контроля ядерных материалов для построения градуировочной характеристики должен использоваться метод наименьших квадратов или метод конфлюэнтного анализа.

Г.6 Оценка согласия построенной градуировочной характеристики с имеющейся ранее, осуществляется путем сравнения полученной разницы с установленными пределами для этой разницы. Если изменение градуировочной характеристики не превосходит установленного предела, далее принимают и используют новую градуировочную характеристику. Если изменение градуировочной характеристики оказалось недопустимо велико, то измерения по данной методике приостанавливают до устранения причин, вызвавших несогласие градуировочных характеристик.

Г.7 Метод наименьших квадратов применяется, если значения входных величин (аттестованные характеристики образцов для градуировки) известны с погрешностью, не превышающей $\frac{1}{3}$ величины погрешности выходного сигнала.

Г.8 Метод конфлюэнтного анализа применяется, если погрешность входной величины сравнима с погрешностью выходной величины.

Г.9 Для построения линейных или приводимых к линейным градуировочных характеристик количество образцов для градуировки должно быть не менее трех. Для построения полиномиальных градуировочных характеристик количество образцов для градуировки должно быть больше, чем степень полинома. В более сложных случаях необходимое количество образцов устанавливают в зависимости от конкретного алгоритма.

Измеряемая характеристика в образцах для градуировки должна равномерно перекрывать весь диапазон определяемых по методике величин. Допускается использование одного образца для градуировки в случае выполнения следующих условий:

- доказана линейность зависимости выходного сигнала от измеряемого параметра;
- доказано, что линейная градуировочная характеристика выходит из нуля;
- значение измеряемой характеристики в образце для градуировки должно быть не менее значения, соответствующего верхней границе диапазона измеряемых по МВИ величин.

При построении градуировочной характеристики каждый образец для градуировки должен быть измерен не менее трех раз.

Приложение Д (обязательное)

Порядок аккредитации метрологических служб

Д.1 Предприятие (организация), заинтересованное в аккредитации метрологической службы (далее - предприятие-заявитель), направляет заявку на проведение аккредитации в ЦГОМС. для головных и базовых организаций метрологической службы аккредитующей организацией является ЦГОМС. Аккредитующую организацию для метрологических служб предприятий Минатома России назначает ЦГОМС и извещает об этом предприятие-заявитель в срок не более одного месяца.

Д.2 На основе рассмотрения заявок предприятий ЦГОМС составляет план-график проведения аккредитации и направляет его на согласование предприятиям-заявителям.

Д.3 Работы по проведению аккредитации метрологических служб головных и базовых организаций отрасли финансируются Минатомом России, работы по проведению аккредитации метрологических служб остальных предприятий осуществляются на договорной основе.

Д.4 Работы по подготовке метрологических служб предприятий отрасли к аккредитации финансируются на основе прямых договоров с предприятиями-заявителями.

Д.5 Оплата работ по осуществлению контроля за выполнением аккредитованной метрологической службой договорных обязательств проводится предприятием-заявителем по отдельному договору.

Д.6 датой исполнения обязательств по договору в целом считается срок выдачи аттестата аккредитации или отчета о проделанной работе (в случае отрицательных результатов аккредитации).

Д.7 Результаты проведенной по договору работы излагаются в отчете. На основании выводов отчета аккредитующая организация оформляет и выдает предприятию-заявителю аттестат аккредитации, либо сообщает о замечаниях и предложениях по совершенствованию деятельности метрологической службы, которые должны быть реализованы предприятием в согласованные сроки. В последнем случае в установленном порядке оформляют необходимые дополнения к договору дополнительными соглашениями.

Д.8 Аккредитующая организация направляет один экземпляр аттестата и паспорта (формуляра) на регистрацию во Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы и копию в ЦГОМС.

Д.9 ЦГОМС в десятидневный срок сообщает аккредитованной метрологической службе предприятия и аккредитующей организации номер аттестата аккредитации.

Приложение Е (информационное)

Библиография

[1] Правила организации системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Утверждены постановлением Правительства Российской Федерации от 10 июля 1998 г. № 746, введены в действие приказом по Минатому России № 485 от 28.07.98 г.

[2] Основные правила учета и контроля ядерных материалов (ОПУК). НП-XX-01, Госатомнадзор России, Москва, 2001.

[3] Терминологический словарь. Учет, контроль и физическая защита ядерных материалов. ЦНИИ АТОМИНФОРМ, Москва, 2000.

[4] РМГ 29-99 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения.

[5] Закон Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений».

[6] МИ 1967-89 ГСИ. Выбор методов и средств измерений при разработке методик выполнения измерений. Общие положения.

[7] ПР 50.2.009-94 ГСИ. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

[8] МИ 2334-95 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке.

[9] РД 50-453 ОСИ. Методические указания. Характеристики погрешности средств измерений в реальных условиях эксплуатации. Методы расчета.

[10] МИ 2232-2000 ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Оценивание погрешностей измерений при ограниченной исходной информации.

[11] МИ 2301-2000 ГСИ. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Методы и способы повышения точности измерений.

[12] МИ 2174-91 ГСИ. Апестация алгоритмов и программ обработки данных при измерении. Общие положения.

[13] Номенклатура оборудования, изделий и технологий для ядерных установок, радиационных источников и пунктов хранения, подлежащих обязательной сертификации в Системе сертификации оборудования, изделий и технологий для ядерных установок, радиационных источников и пунктов хранения, утвержденная Минатомом России, Федеральным надзором России по ядерной и радиационной безопасности и Государственным комитетом РФ по стандартизации и метрологии. Введена в действие с 15.09.2000 г. приказом Минатома России № 233/28/152 от 24.04.2000 г.

[14] ПР 50.2.016-94 ГСИ. Требования к выполнению калибровочных работ.

[15] ПР 50.2.014-96* ГСИ. Порядок аккредитации на право поверки средств измерения.

[16] ПР 50.2.006-94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений.

[17] РД 95 10365-89 ОСИ. Порядок проведения и содержание метрологической аттестованы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов.

[18] Система аккредитации аналитических лабораторий (центров). М., Госстандарт России, 1998.

[19] Руководство ИСО/МЭК 43-1. Проверка на качество проведения испытаний посредством межлабораторных сличений.

