

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ОБЛАСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ

Борисов В.А., Карпюк М.Л., Карпюк Л.А., Горшков В.Б., Жомова Е.И.,
Лесин В.В.

В данной статье описана хронология развития системы стандартных образцов в атомной отрасли Российской Федерации. Описаны основные нормативные документы, применяемые в области использования атомной энергии, номенклатура стандартных образцов и особенность их применения в Госкорпорации «Росатом», проанализированы подходы к их аттестации. Сформулированы перспективы развития деятельности в области стандартных образцов.

Ключевые слова: стандартные образцы, атомная энергетика, учет и контроль ядерных материалов.

✓ **Ссылка при цитировании:** Стандартные образцы в области использования атомной энергии / В.А. Борисов [и др.] // Стандартные образцы. 2015. № 2. С. 67–73.

Авторы:

БОРИСОВ В.А.

Главный эксперт АО «ВНИИНМ» им. академика
А.А. Бочвара, канд. физ.-мат. наук
Российская Федерация, 123060, г. Москва,
а/я 369 АО «ВНИИНМ»
Тел.: 8 (499) 190-23-25
E-mail: VABorisov@bochvar.ru

КАРПЮК М.Л.

Эксперт ОАО «ВНИИНМ», канд. хим. наук
Российская Федерация, 123060, г. Москва,
а/я 369 АО «ВНИИНМ»
E-mail: kmargo2005@yandex.ru

КАРПЮК Л.А.

Директор метрологического отделения АО «ВНИИНМ»
им. академика А.А. Бочвара, канд. хим. наук
Тел.: 8 (499) 190-23-25
E-mail: LAKarpuyuk@bochvar.ru

ГОРШКОВ В.Б.

Начальник лаборатории ядерной метрологии
АО «ВНИИНМ» им. академика А.А. Бочвара
Тел.: 8 (499) 190-80-47
E-mail: VBGorshkov@bochvar.ru

ЖОМОВА Е.И.

Начальник лаборатории метрологического
обеспечения аналитического контроля
АО «ВНИИНМ» им. академика А.А. Бочвара
Тел.: 8 (499) 190-84-98
E-mail: ElZhomova@bochvar.ru

ЛЕСИН В.В.

Начальник лаборатории метрологического
обеспечения контроля свойств
АО «ВНИИНМ» им. академика А.А. Бочвара
Тел.: 8 (499) 190-84-44
E-mail: VVLesin@bochvar.ru

Принятые сокращения:

АЭС – атомная электростанция

СО – стандартные образцы

СОП – стандартный образец предприятия

ГСО – государственный стандартный образец

ОСО – отраслевой стандартный образец

МВИ – методика выполнения измерений

ЯМ – ядерные материалы

СГУК ЯМ – система государственного учета и контроля ядерных материалов

АО «АЭХК» – акционерное общество «Ангарский электролизный химический комбинат», г. Ангарск

АО «ВНИИНМ» – акционерное общество «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А.А. Бочвара», г. Москва

ОАО «ВНИИХТ» – открытое акционерное общество «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии», г. Москва

АО «УЭХК» – акционерное общество «Уральский электрохимический комбинат», г. Новоуральск

ФГУП «УНИИМ» – Федеральное государственное унитарное предприятие «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург

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

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

Высокие требования к ядерной и радиационной безопасности производства продукции в отрасли, к безопасности эксплуатации АЭС, естественно, связаны с повышенными требованиями и к качеству измерительной информации, по результатам которой принимаются очень ответственные решения на предприятиях и АЭС.

Всего лишь один недостоверный результат измерения или контроля способен дестабилизировать работу систем управления технологией, привести к браку или аварии. Поэтому значение точности и достоверности измерений для продукции, особенно в таких отраслях, как атомная, трудно переоценить.

Всем, кто занимается измерениями, прекрасно известно, что без стандартных образцов (СО) невозможно обеспечить необходимую достоверность результатов измерений, испытаний и контроля. Поэтому разработке СО и их применению в измерительных лабораториях предприятий Госкорпорации «Росатом» всегда уделялось большое внимание. Кроме широкого использования государственных стандартных образцов (ГСО) и отраслевых стандартных образцов (ОСО)

разработки других отраслей, проводилась разработка собственных, особенно специфических СО, необходимых для контроля ядерных материалов. Уже в конце 1950-х годов в АО «УЭХК» были изготовлены и аттестованы (путем многократных измерений проб материала СО) первые СО изотопного состава урана, а во второй половине 1960-х была создана система так называемых «первичных» и «опорных» СО изотопного состава урана в диапазоне концентраций урана-235 от 0,2 до 90,0 %. На тот момент такой широкой номенклатуры аналогичных СО не было ни в США, ни в Европе.

Когда применение СО достигло широких масштабов, в отрасли было принято решение о систематизации деятельности по разработке и аттестации СО. С этой целью в конце 1970-х – начале 1980-х годов были назначены головные организации по разработке СО. АО «УЭХК» был назначен головной организацией по СО изотопного состава урана, АО «ВНИИНМ» – по СО топливных и конструкционных материалов, АО «Радиевый институт» – по СО ядерных материалов, ОАО «ВНИИХТ» – по СО руд и объектов окружающей среды и АО «АЭХК» – по СО газовых смесей. Однако сама система СО в отрасли полностью сформировалась только в 1985 году, когда был создан реестр СО, ведение которого было поручено АО «ВНИИНМ».

С самого начала своей деятельности в области СО метрологи ВНИИНМ столкнулись с проблемами, связанными со спецификой отраслевых материалов, веществ и изделий. В отрасли была большая потребность в СО, которые трудно было отнести к какому-то существующему виду. Например, СО ширины сварного шва, СО толщины стенки твэльной трубы, СО площади дефекта топливной таблетки и т. п. Такие СО трудно причислить к «веществам» или «материалам», поскольку они представляют собой определенное промышленное изделие или его часть. Кроме того, некоторые из таких СО невозможно аттестовать традиционными методами

(т. е. путем измерений) – требуются другие подходы. В связи с этими особенностями появилась необходимость разработки отраслевой нормативной базы, учитывающей специфику применяемых в отрасли СО и способов их аттестации.

К концу 1980-х годов разработка этой нормативной базы была завершена. К ней относятся стандарт отрасли ОСТ 95 10319 «Отраслевая система обеспечения единства измерений. Порядок разработки стандартных образцов», РД 95 10365 «Отраслевая система обеспечения единства измерений. Порядок проведения и содержание метрологической аттестации стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов» и РД 95 10396 «Отраслевая система обеспечения единства измерений. Порядок регистрации, учета, применения и хранения стандартных образцов». Данная нормативная база учитывала специфические особенности ряда СО, применяемых в отрасли.

Так, в качестве подвида СО свойств в отрасли было введено понятие СО технических характеристик изделий, то есть это СО, изготавливаемые в виде выпускаемого изделия или части изделия, аттестуемой характеристикой которого является величина, приведенная в разделе «Технические требования» в технических условиях на это изделие.

Были также введены понятия аттестации СО способом контролируемого изготовления и способом «образцов-свидетелей». Способ контролируемого изготовления заключается не в аттестации экземпляра СО, а в аттестации методики изготовления СО с дальнейшим приписыванием всем изготавливаемым по этой методике экземплярам СО максимально возможного значения погрешности и расчетом аттестованного значения. Способ «образцов-свидетелей» применяется в том случае, когда невозможно провести измерение аттестуемой характеристики СО без разрушения экземпляра СО. Например, СО дефекта твэльной трубы в виде риски определенной длины, глубины и угла раскрытия. Для этого проводится изготовление определенной партии таких СО, часть экземпляров из которых отбирается особым образом и разрушается для целей измерений. По результатам измерений этих экземпляров устанавливаются и приписываются метрологические характеристики оставшимся экземплярам.

Отраслевая система СО до 2000 года была, как и система ГСО, «горизонтальной», то есть не было связи между уровнем утверждения и метрологическими характеристиками СО. Встречались ситуации, когда ГСО или ОСО имел погрешность аттестованного значения больше, чем аналогичный стандартный образец пред-

приятия (СОП). Совместная деятельность отраслевых метрологов с коллегами из США и европейского сообщества позволила познакомиться с построением их систем СО. В мировой практике в системе учета и контроля ядерных материалов (ЯМ) применяется «вертикальная» схема передачи размера единиц от международных и национальных образцов к рабочим СО и через них к измерениям ЯМ, что обеспечивает такое важное свойство СО, как прослеживаемость его метрологических характеристик.

Аналогичная система обеспечения единства измерений ядерных материалов, то есть «прослеживаемости», действует и в Европе. Мировая практика показывает, что СО высшей точности разрабатывают и аттестуют уполномоченные на то организации с применением методик (методов) измерений (МВИ), основанных на абсолютных методах измерения и имеющих наименьшие погрешности. Как правило, такие МВИ проходят специальные метрологические усовершенствования для этих целей. СО высшей точности уже далее применяются для аттестации так называемых рабочих СО путем использования стандартных МВИ в качестве средства передачи размера единиц. Поскольку ЯМ в пределах предприятия перемещаются из одной зоны баланса в другую и могут перемещаться из одного предприятия в другое, то в системе учета и контроля ядерных материалов принципиально важным является обеспечение единства измерений. Наиболее эффективным способом обеспечения единства измерений является создание системы СО, значения аттестуемых характеристик которых согласованы со значением аттестуемой характеристики СО высшей точности. Наиболее простым и эффективным способом этого согласования является взаимное сравнение СО, то есть передача размера единиц от СО высшей точности к СО более низкой точности.

В 2004 году АО «ВНИИНМ» совместно с ФГУП «УНИИМ» был разработан национальный стандарт ГОСТ Р 8.609 «ГСИ. Стандартные образцы государственной системы учета и контроля ядерных материалов». В системе государственного учета и контроля ядерных материалов (СГУК ЯМ) впервые на национальном уровне была введена вертикальная схема передачи размера единиц. В этой системе применяются аттестованные СО трех классов, связанных с положением СО в схеме передачи размера единиц. Аттестация СО второго и третьего классов может проводиться только путем передачи размера от СО 1-го класса к СО 2-го или 3-го классов и от СО 2-го класса к СО 3-го класса. На рис. 1 в качестве примера приведена вертикальная система СО при учете и контроле урана.



Рис. 1. Учет и контроль урана. Принцип построения системы СО

Для метрологической поддержки данной вертикальной системы были разработаны три отраслевых стандарта:

- ОСТ 95 10596 «Учет и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов при малом количестве лабораторий»;
- ОСТ 95 10597 «Учет и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов методом передачи размера»;
- ОСТ 95 10600 «Учет и контроль ядерных материалов. Аттестация стандартных образцов способом образцов-свидетелей».

Первый из них устанавливает алгоритмы аттестации СО для случая, когда количество лабораторий, участвующих в аттестации, менее десяти. Действующий государственный стандарт ГОСТ 8.532 может применяться только при условии участия в аттестации СО не менее десяти лабораторий. Для СО ядерных материалов, используемых при измерениях в целях учета и контроля, это условие, как правило, является невыполнимым. Транспортировка образцов урановых материалов связана с большими затратами и сложностями, а в лабораториях используются различные МВИ, сильно различающиеся по приписанным значениям погрешностей. Для плутониевых же материалов даже количество лабораторий, имеющих возможность проводить аттестационные измерения, менее десяти. Поэтому единственно возможным способом аттестации СО ядерных материалов первого класса является способ межлабораторной аттестации при малом количестве лабораторий участников. В мировой практике аттестации

СО наивысшей точности этот способ также является основным. При этом либо в аттестации участвует одна лаборатория, либо значение аттестуемой характеристики устанавливается по результатам измерений в малом количестве лабораторий, а часть лабораторий участвует только в подтверждающих измерениях.

В ОСТ 95 10596 приведены три варианта аттестации СО.

Первый вариант – аттестация СО только в одной лаборатории. Он применяется в случае, когда аттестующая лаборатория обладает МВИ, основанной на абсолютном методе измерения и имеющей погрешность значительно меньшую, чем погрешности рабочих МВИ.

Второй вариант – аттестация СО в одной аттестующей лаборатории с подтверждающими измерениями. Он применяется, когда погрешность МВИ аттестующей лаборатории в меньшей степени отличается от погрешностей МВИ в остальных лабораториях или когда при равенстве погрешностей аттестующая лаборатория имеет больший опыт и квалификацию в проведении измерений аттестуемой характеристики.

И, наконец, третий вариант – установление значения аттестуемой характеристики СО по результатам измерений в нескольких лабораториях.

В ОСТ 95 10597 приведены следующие разновидности метода сравнения для установления значений аттестуемых характеристик СО, применяемые при передаче размера единиц:

- дифференциальный метод;
- метод «пропорции»;
- метод «вилки»;

- метод градуировки;
- метод косвенных измерений.

Дифференциальный метод и метод «пропорции» применяются, когда значения аттестуемой характеристики в аттестованном СО высшей точности и в аттестуемом СО близки, а МВИ, используемая для аттестации, не требует построения градуировочной зависимости.

Метод «вилки» применяется, когда имеются два СО высшей точности, значение аттестуемой характеристики в аттестуемом СО лежит между значениями аттестованных СО, а МВИ, используемая для аттестации, требует построения градуировочного графика по стандартным образцам и при этом установлено, что градуировочный график линейный и не проходит через ноль ($Y = A + B \times X$).

Метод градуировки применяется в случае, когда имеется комплект СО высшей точности, а МВИ, используемая для аттестации, требует построения градуировочного графика по стандартным образцам и при этом установлено, что градуировочный график нелинейный.

Метод косвенных измерений применяется в случае, когда аттестуемая характеристика СО – это результат вычисления по формуле, включающей в себя результаты измерений различных величин. Например, при аттестации СО массы урана-235 измеряются массовая доля урана, условная массовая доля урана-235 и масса СО. При этом передача размера единиц для величины массовой доли урана и условной массовой доли урана-235, входящих в расчетную формулу, проводится одним из четырех вышеприведенных способов, с использованием СО более высокой точности.

Кроме этих методов в ОСТ приводится процедура обеспечения прослеживаемости для случаев, когда аттестован новый СО с погрешностью, меньшей по сравнению с погрешностью уже утвержденного СО 1-го класса, и когда до разработки и аттестации СО 1-го класса уже применялись СО с меньшей точностью.

В основе системы СО в Госкорпорации «Росатом» лежит положение о том, что отличительным признаком СО от других средств измерений является важность состава и свойств СО для целей применения. Данное положение позволяет однозначно относить то или иное средство измерений к категории СО и обеспечить их разработку единой нормативной базой. В настоящее время в реестре СО содержится более 1300 типов отраслевых стандартных образцов (ОСО). Среди них, кроме традиционных СО состава и свойств веществ и материалов, имеется большое количество ОСО технических характеристик изделий, ОСО для неразрушающего контроля и т. п. На диаграмме (рис. 2) представлена динамика разработки ОСО в корпорации «Росатом».

Из диаграммы видно, что происходит постепенное насыщение потребностей в новых типах ОСО в области использования атомной энергии. Это вполне естественный процесс, поскольку многие ОСО имеют большой срок годности и действительно стабильны длительное время. Для радиоактивных ОСО, у которых меняется изотопный состав за счет распада изотопов, разработчики ОСО в качестве аттестованных значений приводят ее временную зависимость, а погрешность периода полураспада, соответственно, учитывается в значении погрешности аттестованных значений. Однако потребность в ОСО новых видов далеко не исчерпана и до сих пор. Это связано с постоянным совершенствованием технологий и выпускаемой продукции, предъявлением к продукции более жестких требований, а также появлением новых видов продукции и, как следствие, новых видов контроля.

В 2011 году в Госкорпорации «Росатом» стартовал проект «Прорыв», консолидирующий проекты по разработке реакторов большой мощности на быстрых нейтронах, технологий замкнутого ядерного топливного цикла, а также новых видов топлива и материалов и ориентированный на достижение нового качества ядерной энергетики.

Реализация данного проекта позволит:

- исключить аварии на АЭС, требующие эвакуации, а тем более отселения населения;
- обеспечить конкурентоспособность ядерной энергетики в сравнении с электрогенерацией на органическом топливе;
- обеспечить замыкание ядерного топливного цикла для полного использования энергетического потенциала уранового сырья;
- укрепить режим нераспространения;
- снизить капитальные затраты на сооружение АЭС с быстрыми реакторами за счет технологических и проектно-конструкторских решений, присущих только реакторам на быстрых нейтронах.

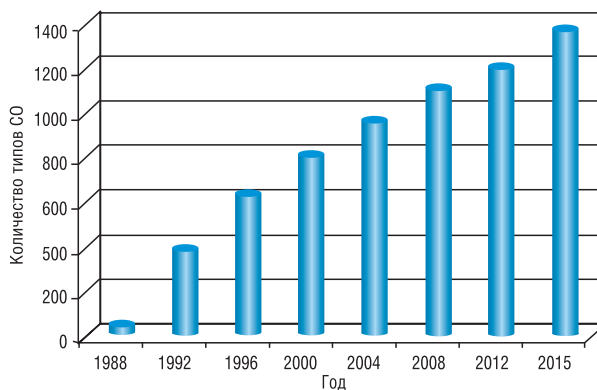


Рис. 2. Количество типов ОСО в реестре Госкорпорации «Росатом»

Задачей проекта является создание ядерно-энергетического комплекса, включающего в себя атомные станции с реакторами на быстрых нейтронах, производства по регенерации и рефабрикации ядерного топлива, по подготовке всех видов радиоактивных отходов к окончательному удалению из технологического цикла.

Для целей регенерации и рефабрикации ядерного топлива планируется создание пристанционного ядерного топливного цикла, при функционировании которого необходимо обеспечение контроля состава и свойств перерабатываемой продукции. Решение данной задачи включает разработку методик контроля, стандартных образцов и их аттестацию для всех контролируемых объектов и параметров.

Ввиду того что потери делящихся материалов на всем цикле переработки не должны превышать 0,1 %, предъявляются особые повышенные требования к разрабатываемым методикам контроля, а также к стандартным образцам. Перечень контролируемых параметров очень обширен, и для реализации проекта потребуются разработка не менее 50 типов стандартных образцов и аттестованных объектов.

В целом всю номенклатуру разрабатываемых в отрасли СО можно условно разбить на пять групп:

- СО и ГСО топливных материалов и изделий;
- СО конструкционных материалов и изделий;
- СО и ГСО для учета и контроля ядерных материалов;
- СО руд;
- СО и ГСО объектов окружающей среды.

Соотношение количества типов СО между группами приведено на рис. 3.

На сегодняшний день наибольшее количество СО представляют две группы – топливо и конструкционные материалы. Группа СО для учета и контроля ядерных материалов постепенно достигает уровня лидирующих групп, поскольку потребности в этих образцах большие, а их разработка началась относительно недавно.

В конце 2013 года был выпущен нормативно-правовой акт «Метрологические требования к измерениям,

эталоном единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии», внедренный приказом генерального директора Госкорпорации «Росатом» № 1/10-НПА. В этом документе регламентируется совершенно новое понятие «аттестованный объект» (АО). АО предназначены для обеспечения единства и требуемой точности измерений и испытаний в сфере ответственности Госкорпорации «Росатом». Область и способы применения аттестованных объектов аналогичны стандартным образцам, но с некоторыми отличиями.

В соответствии с Федеральным законом от 26 июня 2008 года № 102 «Об обеспечении единства измерений» стандартный образец – это образец вещества (материала) с установленными по результатам испытаний значениями, характеризующими состав или свойство этого вещества.

В области использования атомной энергии в качестве аналогов стандартных образцов могут применяться нематериальные объекты, не попадающие под определение, данное в Федеральном законе № 102. Такими образцами являются образы объектов микроструктуры (это даже не материальные изображения, а файлы), например, изображения зерновой структуры таблеток из диоксида урана, для которых была установлена характеристика размеров зерна квалифицированными специалистами методом экспертных оценок.

Другим примером являются фрагменты корпуса ядерного реактора, содержащие реальные дефекты в металле, размеры и характеристики отражающей способности которых установлены при их исследовании. Такие фрагменты используются для настройки амплитудной и временной шкалы ультразвукового прибора, аттестации методик измерительного контроля. Помимо перечисленного в отрасли применяются имитаторы, которые также не являются стандартными образцами – например, имитаторы плотности таблеток ядерного керамического топлива. В качестве имитаторов выступают металлические цилиндрические образцы, размеры которых соответствуют размерам таблеток, а состав сплава подбирается так, чтобы его коэффициент поглощения гамма-излучения был близок к коэффициенту поглощения диоксида урана.

В соответствии с 1/10 НПА понятие стабильности стандартного образца трактуется не только с точки зрения неизменности аттестованного значения, но и как закономерного изменения во времени. Например, образец изотопного состава плутония.

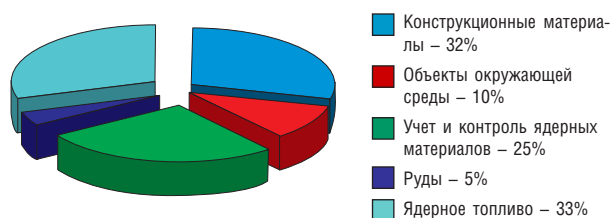


Рис. 3. Соотношение СО разного назначения

В связи с перечисленным было принято решение – ввести в области использования атомной энергии новое, более широкое, чем «стандартный образец», понятие – «аттестованный объект». Аттестованные объекты по своим метрологическим задачам идентичны стандартным образцам и включают в себя в том числе и стандартные образцы, применяемые в сфере ответственности Госкорпорации «Росатом».

В 2014 году специалисты АО «ВНИИНМ» разработали нормативный документ «Порядок разработки, утверждения и регистрации аттестованных объектов»,

а в 2015 году запланирована разработка документа по процедурам аттестации аттестованных объектов.

Таким образом, система СО Госкорпорации «Росатом» в настоящее время находится в стадии создания новых и дальнейшего развития и совершенствования уже существующих алгоритмов и подходов к созданию СО и аттестованных объектов. Основной задачей представляется создание такой системы, которая опиралась бы на образцы высшей точности и была легко воспроизводима в случае выхода из обращения того или иного вида аттестованного объекта (типа СО).

REFERENCE MATERIALS IN THE SPHERE OF USE OF ATOMIC ENERGY

V.A. Borisov, M.L. Karpyuk, L.A. Karpyuk, V.B. Gorshkov, E.I. Zhomova, V.V. Lesin

High-Technology Scientific Research Institute of Inorganic Materials named ac. A.A. Bovchar
(JSC “VNIINM”)

JSC “VNIINM”, a/a 369, Moscow, 123060, Russian Federation

Tel.: 8 (499) 190-23-25

E-mail: VABorisov@bochvar.ru

The article describes the chronology of development of the system of reference materials in the nuclear industry of the Russian Federation. The basic documents used in the sphere of nuclear energy are described. The nomenclature of reference materials and feature of their application in the “Rosatom” is given. The prospects of development activities in the field of reference materials are formulated.

Key words: reference materials, nuclear power, State system of accounting and control of nuclear materials.

✓ **When quoting reference:** Borisov V.A., Karpyuk M.L., Karpyuk L.A., Gorshkov V.B., Zhomova E.I., Lesin V.V. Standartnye obraztsy v oblasti ispol'zovaniia atomnoj energii [Reference materials in the sphere of use of atomic energy]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2015, No. 2, pp. 67–73. (In Russian).