Сводка отзывов

на первую редакцию проекта национального стандарта «ГСИ. Учет и контроль ядерных материалов. Межлабораторные испытания стандартных образцов при малом количестве лабораторий» (шифр 3.17.053-1.014.20)

В сводке применены следующие сокращения:

1 ФБУ «Нижегородский ЦСМ» – ФБУ «Государственные региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Нижегородской области», отзыв № 13/0100/14373 от 14.10.2020, составитель – начальник отдела метрологического обеспечения А.Ю.Малышев;

2 ФГУП «ВНИИФТРИ» – ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений», отзыв э/п от 16.10.2020, составитель – старший научный сотрудник Т.П.Берлянд;;

3 ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны – ФГБУ «Главный научный метрологический центр» Министерства обороны Российской Федерации, отзыв э/п 24.08.2020 от 2020, составитель – начальник лаборатории Э.Ю.Хохулин;

4 ФГУП «ВНИИМС» – ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы», отзыв э/п от 16.10.2020, составитель – начальник отдела Б.М.Пашаев;

5 ВНИИР – Всероссийский научно-исследовательский институт расходометрии – филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева», отзыв № 3740/02-СМ от 25.08.2020.

| **Структурный элемент стандарта** | **Наименование организации или иного лица (номер письма, дата)** | **Замечание, предложение, предлагаемая редакция** | **Заключение разработчика стандарта** |
| --- | --- | --- | --- |
| В целом по проекту документа | ВНИИР | Замечаний и предложений нет. | Принято к сведению. |
| В целом по проекту документа | ФГУП «ВНИИФТРИ» | В соответствии с Федеральным законом N 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (с изменениями на 27 декабря 2019 года)  Статья 12. Утверждение типа стандартных образцов или типа средств измерений 1. Тип стандартных образцов или тип средств измерений, применяемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, подлежит обязательному утверждению на основании положительных результатов испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа.  В проекте ГОСТа, п. 1. Область применения указано «для применения в системе государственного учета и контроля ядерных материалов», следовательно, процедура испытаний стандартных образцов должна быть проведена в соответствии со статьей 12 102-ФЗ.  В случае если применение данного ГОСТа не предусмотрено в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, необходимо дать соответствующее разъяснение в пункте 1 «Область применения». | Принято.  В раздел 1 добавлено примечание.  В системе государственного учета и контроля ядерных материалов существуют измерения вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений, т.е. не входящие в перечень, утвержденный приказом Госкорпорации «Росатом» от 09.12.2020 № 1/14-НПА [4].  СУИК ЯЭМ содержит в том числе измерения вне сферы государственного регулирования. |
| В целом по проекту документа | ФГУП «ВНИИМС» | По тексту проекта стандарта встречается формулировка «погрешность результатов испытаний СО», хотя понятие «погрешность» применима к результатам измерений характеристик СО. | Принято.  Исправлено по тексту стандарта. |
| Содержание | ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны | Не указаны номера листов наименований разделов документа.  *Предлагаемая редакция:*  Указать в содержании номера листов наименований разделов документа. | Принято. |
| Раздел 1 «Область применения» (и далее по тексту) | ФГУП «ВНИИФТРИ» | Термин «испытания» хаотично перемешивается с термином «аттестация».  *Предлагаемая редакция:*  В разделе 3 «Термины, определения и сокращения» привести четкое определение и применить по всему тексту ГОСТа, начиная с раздела 1. | Принято.  Добавлен термин «испытания стандартных образцов в целях утверждения типа».  Термин «аттестация» используется только по отношению к методикам измерений. |
| Раздел 1 «Область применения» | ФГУП «ВНИИФТРИ» | Настоящий стандарт распространяется на процедуры межлабораторных испытаний стандартных образцов и аттестованных объектов (далее – стандартных образцов),  Далее по тексту нет понятия «аттестованных объектов», что это?  *Предлагаемая редакция:*  Привести определение понятия «аттестованных объектов». | Принято частично.  Раздел 1 приведен в новой редакции.  Секретариат ТК053 – Сокращение: «СО – стандартный образец или аттестованный объект системы государственного учета и контроля ядерных материалов» внесено в раздел 3 «Термины, определения и сокращения» (подраздел 3.2) и в соответствии с ГОСТ 1.5 используется строго в последующих разделах. |
| Раздел 3 «Термины, определения и сокращения» (стр. 6). Примечание  По тексту стандарта | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В примечании на стр. 6 приведены обозначения ГОСТ Р 8.932–2017 (с указанием года) и ГОСТ Р ИСО 5725-1 (без указания года). Практически по всему тексту стандарта указаны обозначения стандартов с указанием года, за исключением стр. 38.  *Предлагаемая редакция:*  Обозначения стандартов в примечании на стр. 6 и по тексту стандарта должны быть приведены либо все с указанием года, либо все без указания года (одинаково). По всему тексту стандарта указать обозначения стандартов с указанием года. | Отклонено.  Секретариат ТК053 – Содержание и оформление раздела «Нормативные ссылки» и оформление нормативных ссылок в тексте проекта стандарта сделано в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5-2012 (пп. 3.6 и 4.3), в том числе в части использования датированных и недатированных ссылок |
| Раздел 3 «Термины, определения и сокращения» | ФГУП «ВНИИФТРИ» | Ссылки на [РМГ 29–2013 [3] без указания наличия поясняющих примечаний недостаточны.  *Предлагаемая редакция:*  При ссылках на [РМГ 29–2013 [3], статья \_\_]  указывать [РМГ 29–2013 [3], статья\_\_\_\_ с примечаниями]. | Принято частично.  Секретариат ТК053 – Ссылки на применение терминов по РМГ 29-2013 в основном вынесены в первый абзац раздела 3.  Это сделано в связи с тем, что в примечаниях ко многим терминам РМГ 29-2013 присутствуют внутренние ссылки на пункты РМГ и цитирование терминов, содержащие такие примечания, в других документах некорректно. |
| 3.1.19 «чистая воспроизводимость: Воспроизводимость измерений, обусловленная всеми влияющими на нее факторами, за исключением факторов, влияющих на сходимость измерений.  Примечание – Понятие использовано в ГОСТ Р 8.932–2017 (подраздел 7.9). Аналогично термину «межлабораторная воспроизводимость» ГОСТ Р ИСО 5725-1.» | ФГУП «ВНИИМС» | В примечании указано, что понятие «чистая воспроизводимость» аналогично термину «межлабораторная воспроизводимость» в ГОСТ Р ИСО 5725-1. Но в ГОСТ Р ИСО 5725-1 не определен и не применяется термин «межлабораторная воспроизводимость».  Исключить второе предложение примечания.  Предлагаемая редакция:  3.1.19 чистая воспроизводимость: Воспроизводимость измерений, обусловленная всеми влияющими на нее факторами, за исключением факторов, влияющих на сходимость измерений.  Примечание – Понятие использовано в ГОСТ Р 8.932–2017 (подраздел 7.9). | Принято. |
| 3.1.20 | ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны | Пропущена буква в «Примечание – Нарду с термином «условия повторяемости…».  *Предлагаемая редакция:*  Изложить в следующей редакции:  Примечание – Наряду с термином «условия повторяемости…». | Принято. |
| 3.1.25 «метролог: Специалист (группа специалистов), осуществляющий планирование экспериментальных исследований, контроль за их проведением, обработку результатов, необходимые расчеты, и оформляющий отчет (протокол) *об аттестации методики (метода) измерений или осуществляющий метрологическую экспертизу материалов аттестации методики (метода) измерений.»* | ФГУП «ВНИИФТРИ» | Аттестацию методики (метода) измерений и метрологическую экспертизу материалов аттестации методики (метода) измерений проводит аккредитованная в установленном порядке организация.  *Предлагаемая редакция:*  Изменить редакцию. | Принято.  Дана новая редакция.  **«метролог:** Специалист (группа специалистов), осуществляющий планирование экспериментальных исследований, метрологическую экспертизу при разработке методики (метода) измерений, контроль за проведением экспериментальных исследований, обработку их результатов, необходимые расчеты и оформление отчета (протокола) при использовании методики (метода) измерений» |
| 3.1.26 «межлабораторный эксперимент: Экспериментальные исследования, проводимые несколькими лабораториями независимо друг от друга с целью испытаний стандартных образцов или *аттестации методик (методов) измерений, оценки составляющих погрешности, оценки влияния факторов.»* | ФГУП «ВНИИФТРИ» | Аттестацию методики (метода) измерений и метрологическую экспертизу материалов аттестации методики (метода) измерений проводит аккредитованная в установленном порядке организация.  *Предлагаемая редакция:*  Изменить редакцию. | Принято.  Дана новая редакция.  **«межлабораторный эксперимент:** Экспериментальные исследования, проводимые несколькими лабораториями независимо друг от друга с целью испытаний стандартных образцов» |
| Раздел 4 «Предварительное рассмотрение целей межлабораторного эксперимента» | ФГУП «ВНИИФТРИ» | – составляющая погрешности, которая характеризует правильность измерений.    В следующем абзаце  – систематическая составляющая погрешности.  *Предлагаемая редакция:*  Из ГОСТ Р ИСО 5725-1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения:  3 . 7 правильность (trueness): Степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к принятому опорному значению.  Примечания  3 Показателем правильности обычно является значение систематической погрешности.  4 Правильность понимают иногда как "точность среднего значения".  Однако такое употребление не рекомендуется [ИСО 3534-1] [1].  *Термин "правильность" в отечественных нормативных документах до настоящего времени не применялся. В рамках обеспечения единства измерений термин "правильность (trueness)" - степень близости результата измерений к истинному (действительному) значению измеряемой величины или в случае отсутствия эталона измеряемой величины - степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов измерений (или результатов испытаний), к принятому опорному значению.* | Принято.  Дана новая редакция.  « – систематическая составляющая погрешности (характеристика правильности измерений)» |
| Раздел 4 «Предварительное рассмотрение целей межлабораторного эксперимента» | ФГУП «ВНИИМС» | Утверждение о применении в качестве аттестованного значения стандартного образца только результатов измерений лаборатории, обеспечивающего минимальное значение погрешности, справедливо только для экспериментальных измерений с известными значениями стандартного образца. В случае же проведения экспериментов со стандартным образцом неизвестных значения и погрешности результаты всех измерений во всех лабораториях равноправны.  Допущение о получении результатов измерений для составляющей погрешности, обусловленной факторами, действующими только в условиях воспроизводимости измерений с применением различных модификаций методики измерений, сомнительно. Различные методики измерений могут применяться, но метрологические характеристики всех применяемых методик измерений должны быть сопоставимы.  Выводы по разделу требуют уточнения, так как не раскрывают сущность проведения испытаний стандартных образцов при малом количестве лабораторий, и от данных выводов зависит последующее содержание проекта стандарта.  Кроме того, не понятно, почему нельзя применять аттестованную методику измерений, с проведением ее валидации во всех лабораториях, участвующих в эксперименте, провести статистическую обработку полученных результатов и вывести аттестованные значения СО. | Принято.  Раздел переименован,  В начало раздела 4 добавлены пояснения. |
| Раздел 4 «Предварительное рассмотрение целей межлабораторного эксперимента» (стр. 15) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | При сравнении формул (7.2), (8.3) и (4.9), можно предположить, что формула (4.9) содержит опечатку: (отсутствуют общие скобки).  *Предлагаемая редакция:*  Исправить опечатку (при наличии). | Принято к сведению.  Формула 4.9 содержит общие скобки, которые отображаются после двойного нажатия левой клавиши мыши (техническая ошибка). Опечатки нет. |
| Раздел 6. «Установление аттестуемых характеристик по результатам измерений в одной лаборатории без подтверждающих измерений» | ФГУП «ВНИИМС» | Установленное исходное требование выполнения алгоритма установления аттестуемых характеристик о подчинении результатов отдельных измерений нормальному закону распределения не обосновано. Закон распределения может быть определен результатами многократных измерений.  Допущение о том, что количество параллельных определений может быть уменьшено, если априори известно, что погрешность результатов испытаний будет удовлетворять условиям технического задания на СО и при малом количестве n, не согласуется с требованием выполнения алгоритма о не превышении допускаемой погрешности результатов испытаний стандартных образцов, установленной в техническом задании.  Кроме того, считаем, что для принятия результатов экспериментов в одной лаборатории без подтверждающих измерений недостаточно известной величины чистой воспроизводимости, которая ниже допускаемой погрешности результатов испытаний стандартных образцов, установленной в техническом задании, а также подчинение результатов измерений нормальному закону распределения. | Отклонено.   1. В разделе указывается на проверку гипотезы о нормальном законе распределения результатов. 2. Уменьшение количества измерений возможно в случае, если их увеличение не приводит к росту суммарной погрешности аттестуемой характеристики. 3. В разделе рассматривается случай, когда подтверждающие измерения или невозможны, или не имеют смысла: погрешности измерений одной лаборатории существенно отличается от погрешностей измерений других лабораторий. |
| Раздел 7 «Установление аттестуемых характеристик по результатам измерений в одной лаборатории с подтверждающими измерениями» | ФГУП «ВНИИМС» | Эффективность предлагаемого подхода выполнения измерений в одной лаборатории, а привлечения нескольких лабораторий для выполнения подтверждающих измерений, сомнительна. Целесообразно было бы провести эксперименты в нескольких лабораториях, а одну лабораторию выбрать для проведения подтверждающих измерений. | Отклонено.  Эффективность предлагаемого подхода установлена для случая существенного разброса результатов измерений лабораторий. В этом случае погрешность среднего по нескольким лабораториям как правило приводит к несоответствию техническому заданию. |
| Раздел 8 «Установление метрологических характеристик СО по результатам измерений нескольких лабораторий» | ФГУП «ВНИИМС» | В цели испытаний некорректно указано о влиянии на погрешности результатов измерений характеристик СО фактора воспроизводимости, а также допущение неправильности применения методик измерений в отдельных лабораториях. | Принято частично.  Дана новая редакция. |
| Раздел 8.2 «Анализ результатов межлабораторного эксперимента» (стр. 28), формула (8.9) на стр. 29. | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В последнем абзаце на стр. 28 указано: «Если критерий (8.6) не выполнен, то погрешность результатов испытаний ΔСО вычисляют по формуле:», на стр. 29 приведена формула (8.9), в которой вычисляется ΔЭ. Не соответствуют обозначения ΔСО и ΔЭ. Исправить несоответствие.  *Предлагаемая редакция:*  Исправить несоответствие обозначений ΔСО и ΔЭ. | Принято. |
| Приложение А | ФГУП «ВНИИМС» | Пункт а) схемы измерений предусматривает применение трех проб «какого либо испытанного СО». Необходимо указать, что пробы испытанных СО должны быть примерно сопоставимыми по составу и метрологическим характеристикам. В противном случае полученные результаты измерений характеристик аттестуемых СО могут быть не предсказуемыми. | Принято.  Дана новая редакция. |
| Пункт б) рекомендаций по выполнению измерений не содержит указаний по среде, применяемого для растворения проб. | Принято.  Дана новая редакция. Приведена кислота. |
| Таблица А2 в разделе «Представление результатов» не отражает полноту экспериментов, установленных в пункте б) раздела «Схема измерений». | Отклонено.  Замечание не конкретно. |
| Раздел «Представление результатов» не содержит рекомендаций по обработке результатов измерений. | Принято.  Дана новая редакция. |
| Приложение А (стр. 30) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В наименовании Приложения А имеется опечатка:  «Пример программы экспериментов по испытани**ях** СО».  *Предлагаемая редакция:*  Исправить опечатку: «Пример программы экспериментов по испытани**ям** СО». | Принято. |
| Приложение А (стр. 30) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В стандарте указано: «Суммарное содержание примесей (металл + неметалл) – не более 0,004 у.м.д., %». Не расшифровано сокращенное наименование измеряемой величины: «**у.м.д.»**  *Предлагаемая редакция:*  В стандарте привести расшифровку сокращения «**у.м.д.»** | Принято.  Сокращение «у.м.д.» заменено на «массовых долей в уране». |
| Приложение А (стр. 32) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В Приложении А имеются ссылки на следующие стандарты:  - ГОСТ 12.1.004-91 «ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования»;  - ГОСТ 12.1.005-88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»;  - ГОСТ 12.1.007-76 «ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».  В разделе 2 «Нормативные ссылки» отсутствуют вышеуказанные стандарты.  *Предлагаемая редакция:*  Добавить в разделе 2 «Нормативные ссылки» ГОСТ 12.1.004-91; ГОСТ 12.1.005-88; ГОСТ 12.1.007-76. | Принято частично.  Наименование раздела уточнено: «Пример оформления программы экспериментов по испытаниям стандартного образца или аттестованного объекта системы учета и контроля ядерных материалов».  Секретариат ТК053 – Т.к. приложение содержит пример оформления программы, то ссылки, приведенные в приложении А, не являются элементами настоящего стандарта и не должны включаться в разделе 2 «Нормативные ссылки», в начале приложения дана сноска с соответствующими пояснениями*.* |
| Приложение А (стр. 32) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В тексте стандарта отсутствует расшифровка сокращений NBS, NBL.  *Предлагаемая редакция:*  В тексте стандарта расшифровать сокращения NBS, NBL. | Принято.  Сокращения наименований зарубежных стандартных образцов убраны |
| Таблица А.1 Приложения А | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В Таблице А.1 «Примесный состав материала СО» в заголовке граф указано: «Массовая доля элемента по отношению к U, ∙104, %». В такой редакции указание множителя некорректно, поскольку предполагается, что каждое значение, приведенное в графе необходимо умножить на 104, а каждое значение в графе должно быть умножено на 10-4.  *Предлагаемая редакция:*  Предлагаемая редакция заголовка граф: «Массовая доля элемента по отношению к U, ∙10-4 %». | Принято. |
| Таблица А.1 Приложения А | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В последней строке Таблицы А.1 приведена некорректная формулировка: «Сумма примесей < 12». Необходимо уточнение, например: «сумма массовых долей примесей». При оценке по данным Таблицы, получается, что сумма массовых долей примесей менее 10,9.10-4 %.  *Предлагаемая редакция:*  Уточнить формулировку «Сумма примесей < 12», например указать: «Сумма массовых долей примесей < 12.10-4 %». | Принято. |
| Приложение А (стр. 32-33) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В подразделе «Схема измерений» подпункт г) изложен не полностью: «Измерения следует завершить в течение двух месяцев после получения материала стандартного образца в лабораторию, **но не позже….**».  Рекомендации по выполнению измерений указаны не полностью: не регламентируется процедура взвешивания образцов, отсутствует формула для вычисления массовой доли урана в стандартном образце.  *Предлагаемая редакция:*  В примере «Программы проведения подтверждающих измерений содержания урана в материале стандартного образца состава закиси-окиси урана гравиметрическим методом с пероксидным осаждением в лабораториях» более полно регламентировать подраздел «Схема измерений» и рекомендации по выполнению измерений. | Принято частично.  В приложении в раздел программы «Схема измерений» вставлена ссылка на ОСТ 95 175-2003, по которому должны проводиться измерения. |
| Таблица А.2 Приложения А | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В Таблице А.2 в заголовке одной из граф «Х, % м.д.» измеряемый показатель и единица измерений указаны некорректно.  *Предлагаемая редакция:*  В заголовке графы указать «Массовая доля урана Х, %». | Принято. |
| Таблица А.2 Приложения А | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В Примечании к Таблице А.2:  «- наименование использованного при испытаниях СО и его метрологические характеристики» пропущено слово «оборудования» после «наименование».  *Предлагаемая редакция:*  В Примечании к Таблице А.2 указать:  «- наименование оборудования, использованного при испытаниях СО, и его метрологические характеристики». | Принято. |
| Приложение Б (стр. 35) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | Перед Таблицей Б.1 указано:  «В настоящем примере использованы следующие сокращенные наименования методик:  - «Тит» – методика высокопрецизионной титриметрии НБЛ». В тексте стандарта отсутствует расшифровка сокращения НБЛ.  *Предлагаемая редакция:*  В тексте стандарта расшифровать сокращение НБЛ. | Принято частично.  Сокращение «НБЛ» удалено. |
| Приложение Б (стр. 36) | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | В Приложении Б указано, что: «Вычисления проводились с использованием электронных таблиц MicrosoftExcel». Вычисления по приведенным формулам могут выполняться разными способами, в том числе и с использованием электронных таблиц MicrosoftExcel. Такое уточнение в тексте стандарта является избыточным.  *Предлагаемая редакция:*  Исключить фразу: «Вычисления проводились с использованием электронных таблиц MicrosoftExcel». | Принято. |
| Приложение Б | ФБУ «Нижегородский ЦСМ» | Экспериментально установленное аттестованное значение СО не сравнивается с расчетным значением массовой доли урана в чистом U3O8 (с учетом погрешности аттестованного значения стандартного образца и суммы массовых долей примесей).  *Предлагаемая редакция:*  Для демонстрации преимуществ предлагаемого подхода к аттестации стандартных образцов, целесообразно провести сравнение аттестованного значения стандартного образца с расчетным значением массовой доли урана в чистом U3O8: 84,800 % (с учетом погрешности аттестованного значения стандартного образца (0,011 % - 0,016 %) и суммы массовых долей примесей 0,001 %). | Отклонено.  Сравнение с теоретическими данными не демонстрирует преимущество метода ввиду того, что количество примесей определяется экспериментально. |

Главный метролог ГНМЦ Госкорпорации «Росатом» В.Б. Горшков