

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ
ИМЕНИ АКАДЕМИКА А.А. БОЧВАРА»
(АО «ВНИИНМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Провайдера МСИ -
директор научно-исследовательского
метрологического отделения

В.Б. Горшков

2021 г.



ОТЧЕТ № 532/860-2021

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ В ОРГАНИЗАЦИЯХ ТОПЛИВНОГО ДИВИЗИОНА
ПО ПРОГРАММЕ П.МСИ.СПУ-532/025-2021
«ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СПЕКТРАЛЬНЫХ ПРИМЕСЕЙ В
ЗАКИСИ-ОКИСИ УРАНА»

Москва 2021

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ	3
1. Разработка и аттестация ОК	3
2. Анализ методов (методик) измерений и испытаний	4
3. Анализ результатов и статистическая обработка данных.....	5
4. Выводы	17
5. Контактные сведения о провайдере МСИ	18
6. Конфиденциальность	18
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	19

ВВЕДЕНИЕ

Целью проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) по программе П.МСИ.СПУ-532/025-2021 являлся контроль качества измерений содержания примесей в закиси-оксида урана лабораториями топливного дивизиона и предприятиями, являющимися поставщиками урановой продукции для АО «ТВЭЛ».

1. Разработка и аттестация ОК

Разработка ОК и установление опорных значений ОК подробно описаны в научно-техническом отчете №532/820-2020 о разработке и аттестации стандартного образца состава закиси-оксида урана, аттестованного на содержание спектральных примесей.

Процедура аттестации ОК подробно описана в протоколе №532/853-2021 испытаний стандартного образца состава закиси-оксида урана на содержание спектральных примесей в целях утверждения типа методом межлабораторных сличительных испытаний. Стандартный образец аттестован с метрологическими характеристиками, представленными в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики стандартного образца состава закиси-оксида урана на содержание спектральных примесей

Аттестуемая характеристика	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение СО	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО, при P=0,95 ($\pm\Delta$)
Массовая доля алюминия	%	0,00077	0,00030
Массовая доля железа	%	0,0076	0,0019
Массовая доля кальция	%	0,0019	0,0009
Массовая доля кремния	%	0,00091	0,00035
Массовая доля магния	%	0,00033	0,00012
Массовая доля марганца	%	0,00011	0,00002
Массовая доля меди	%	0,00013	0,00002
Массовая доля молибдена	%	0,00005	0,00001
Массовая доля никеля	%	0,00142	0,00030
Массовая доля фосфора	%	0,00512	0,00043

2. Анализ методов (методик) измерений и испытаний

В перечень используемых для определения содержания примесей в СО методик вошли:

- СТК-32-2013 «Уран, его соединения и сплавы. Спектральная атомно-эмиссионная методика измерений содержания примесей»;
- ОИ 001.645-2008 «Уран и его соединения. Измерение массовых долей элементов методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой»;
- ОИ 001.355-2005 «Окислы урана. Уран-эрбиевое керамическое топливо. Спектральная атомно-эмиссионная методика содержания примесей»;
- ОИ 001.354-2002 «Окислы урана. Уран-эрбиевое керамическое топливо. Спектральная атомно-эмиссионная методика содержания примесей ванадия, вольфрама и молибдена»;
- ОИ 001.546-2004 «Уран. Метод определения примесей в таблетках из оксида урана, в оксидах урана и в металлическом уране на масс-спектрометре ЭЛАН 6100 с плазменным источником ионов»;
- ОСТ 95 10117-2003 «Уран. Химико-спектральная методика измерения содержания примесей»;
- ОСТ 95 959-03 «Уран. Спектральная атомно-эмиссионная методика измерения содержания примесей»;
- ОИ 001.842-2017 «Ураносодержащие продукты. Методика измерений массовых долей элементов, образующих летучие фториды, масс-спектрометрическим методом с индуктивно-связанной плазмой»;
- ОИ 001.843-2017 «Ураносодержащие продукты. Методика измерений массовой доли бора масс-спектрометрическим методом с индуктивно-связанной плазмой»;
- Методика измерений рег. №1080 по Реестру методик АО «ГНЦ НИИАР» «Уран, оксиды урана и оксидное уран-плутониевое топливо.

Методика измерений массовой доли катионных примесей методом атомно-эмиссионной спектроскопии»;

- ОИ 001.476-2009 «Соединения урана. Химико-масс-спектрометрическая методика определения примесей».

3. Анализ результатов и статистическая обработка данных

Обработка результатов производилась в соответствии с требованиями и с использованием алгоритмов, описанных в «Положение об организации и проведении межлабораторных сличительных испытаний в организациях Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом»», а также ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Для каждой лаборатории рассчитывалась величина критерия (E_i) (ИСО/МЭК 43-1:1997) по формуле:

$$E_i = \frac{\bar{X}_i - A}{\sqrt{\Delta_{\bar{X}_i}^2 + \Delta_{OK}^2}}, \quad (6)$$

где \bar{X}_i – результат измерения i -ой лаборатории,

A – аттестованное значение ОК,

$\Delta_{\bar{X}_i}$ – заявленное i -й лабораторией значение характеристики погрешности результата измерения,

Δ_{OK} – погрешность аттестованного значения ОК.

Если $|E_i| \leq 1$, результат i -той лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных погрешностей.

Если $|E_i| > 1$, результат i -той лаборатории считается неудовлетворительным.

Результаты расчета статистического критерия E_i при определении содержания примесей в закиси-окиси урана представлены в таблицах 2-11.

Таблица 2 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли алюминия

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00091	0,00035	0,00077	0,00020	0,35	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00091	0,00035	<0,001			Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00091	0,00035	$8,8 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	0,06	Удовлетворительно
4	4	%	0,00077	0,00030	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$0,5 \cdot 10^{-3}$	1,25	Неудовлетворительно
5	5	%	0,00077	0,00030	0,0010	0,0010	0,22	Удовлетворительно
6	6	%	0,00077	0,00030	<0,0075			Удовлетворительно
7	8	%	0,00077	0,00030	<0,0003			Неудовлетворительно

Таблица 3 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли железа

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,0090	0,0022	0,0090	0,0011	0	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,0090	0,0022	0,0107	0,0014	0,66	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,0090	0,0022	$9,9 \cdot 10^{-3}$	$0,9 \cdot 10^{-3}$	0,39	Удовлетворительно
4	4	%	0,0076	0,0019	$3,8 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-3}$	1,49	Неудовлетворительно
5	5	%	0,0076	0,0019	0,0056	0,0045	0,41	Удовлетворительно
6	6	%	0,0076	0,0019	0,0051	0,0011	2,25	Неудовлетворительно
7	8	%	0,0076	0,0019	<0,02			Удовлетворительно
8	10	%	0,0076	0,0019	0,0028	0,0017	1,88	Неудовлетворительно
9	11	%	0,0076	0,0019	<0,002			Удовлетворительно

Таблица 4 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли кальция

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,0022	0,0011	<0,003			Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,0022	0,0011	<0,003			Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,0022	0,0011	$<3 \cdot 10^{-3}$			Удовлетворительно
4	4	%	0,0019	0,0009	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$\geq 1 \cdot 10^{-4}$	0,07	Удовлетворительно
5	5	%	0,0019	0,0009	0,0023	0,0022	0,17	Удовлетворительно
6	6	%	0,0019	0,0009	0,0051	0,0011	2,25	Неудовлетворительно
7	7	у.м.д., %	0,0022	0,0011	0,00240	0,00034	0,17	Удовлетворительно
8	8	%	0,0019	0,0009	<0,003			Удовлетворительно
9	10	%	0,0019	0,0009	0,0013	0,0009	0,47	Удовлетворительно
10	11	%	0,0019	0,0009	0,0007	0,0006	1,11	Неудовлетворительно

Таблица 5 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли кремния

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00107	0,00041	0,00133	0,00035	0,48	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00107	0,00041	0,00129	0,00035	0,39	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00107	0,00041	$9 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	0,27	Удовлетворительно
4	4	%	0,00091	0,00035	$4,5 \cdot 10^{-3}$	$2,7 \cdot 10^{-3}$	1,32	Неудовлетворительно
5	5	%	0,00091	0,00035	0,0036	0,0035	0,76	Удовлетворительно
6	6	%	0,00091	0,00035	0,0085	0,0013	5,64	Неудовлетворительно
7	8	%	0,00091	0,00035	<0,03			Удовлетворительно
8	10	%	0,00091	0,00035	<0,003			Удовлетворительно
9	11	%	0,00091	0,00035	<0,003			Удовлетворительно

Таблица 6 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли магния

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	2	у.м.д., %	0,00039	0,00014	<0,001			Удовлетворительно
2	3	у.м.д., %	0,00039	0,00014	$3,8 \cdot 10^{-4}$	$0,6 \cdot 10^{-4}$	0,08	Удовлетворительно
3	4	%	0,00033	0,00012	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$\geq 1 \cdot 10^{-3}$	0,67	Удовлетворительно
4	7	у.м.д., %	0,00039	0,00014	0,00038	0,00008	0,07	Удовлетворительно
5	8	%	0,00033	0,00012	<0,003			Удовлетворительно
6	10	%	0,00033	0,00012	0,0013	0,0011	0,88	Удовлетворительно
7	11	%	0,00033	0,00012	<0,001			Удовлетворительно

Таблица 7 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли марганца

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00013	0,00002	0,000124	0,000028	0,16	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00013	0,00002	0,000123	0,000035	0,17	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00013	0,00002	$2,4 \cdot 10^{-4}$	$0,4 \cdot 10^{-4}$	0,98	Удовлетворительно
4	4	%	0,00011	0,00002	$\leq 3 \cdot 10^{-4}$			Удовлетворительно
5	5	%	0,00011	0,00002	0,0010	0,0010	0,89	Удовлетворительно
6	7	у.м.д., %	0,00013	0,00002	0,000132	0,000018	0,08	Удовлетворительно
7	8	%	0,00011	0,00002	<0,001			Удовлетворительно
8	10	%	0,00011	0,00002	0,0012	0,0008	1,36	Неудовлетворительно
9	11	%	0,00011	0,00002	<0,0007			Удовлетворительно

Таблица 8 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли меди

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00015	0,00002	0,000175	0,000040	0,46	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00015	0,00002	0,000132	0,000035	0,50	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00015	0,00002	$1,71 \cdot 10^{-4}$	$0,29 \cdot 10^{-3}$	0,71	Удовлетворительно
4	5	%	0,00013	0,00002	0,00030	0,00027	0,63	Удовлетворительно
5	7	у.м.д., %	0,00015	0,00002	0,000142	0,000020	0,38	Удовлетворительно
6	8	%	0,00013	0,00002	<0,0006			Удовлетворительно
7	10	%	0,00013	0,00002	0,00037	0,00023	1,04	Неудовлетворительно
8	11	%	0,00013	0,00002	<0,0002			Удовлетворительно

Таблица 9 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли молибдена

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00006	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00006	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00006	0,00001	$<1 \cdot 10^{-3}$			Удовлетворительно
4	4	%	0,00005	0,00001	$1,7 \cdot 10^{-3}$	$0,5 \cdot 10^{-3}$	3,30	Неудовлетворительно
5	5	%	0,00005	0,00001	0,0010	0,0009	1,06	Неудовлетворительно
6	8	%	0,00005	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
7	9	мкг/г урана	0,6	0,1	0,55	0,08	0,97	Удовлетворительно
8	10	%	0,00005	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
9	11	мкг/г урана	0,6	0,1	0,57	0,13	0,13	Удовлетворительно
10	12	у.м.д., %	0,00006	0,00001	$0,008 \cdot 10^{-2}$	$0,006 \cdot 10^{-2}$		Удовлетворительно

Таблица 10 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли никеля

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00167	0,00035	0,00164	0,00040	0,07	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00167	0,00035	0,00139	0,00035	0,57	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00167	0,00035	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$0,4 \cdot 10^{-3}$	1,06	Неудовлетворительно
4	4	%	0,00142	0,00030	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$\geq 1 \cdot 10^{-3}$	0,56	Удовлетворительно
5	5	%	0,00142	0,00030	0,0016	0,0016	0,11	Удовлетворительно
6	6	%	0,00142	0,00030	<0,0075			Удовлетворительно
7	7	у.м.д., %	0,00167	0,00035	0,00205	0,00021	0,91	Удовлетворительно
8	8	%	0,00142	0,00030	<0,006			Удовлетворительно
9	10	%	0,00142	0,00030	0,0023	0,0016	0,54	Удовлетворительно
10	11	%	0,00142	0,00030	<0,002			Удовлетворительно

Таблица 11 – Расчет статистического критерия для измерений массовой доли фосфора

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	E_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00604	0,00051	0,0059	0,0014	0,09	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00604	0,00051	0,0066	0,0017	0,33	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00604	0,00051	$6 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	0,02	Удовлетворительно
4	10	%	0,00512	0,00043	<0,006			Удовлетворительно

Вторым критерием оценки качества результатов измерений, проведенных лабораторией, на основе единичных результатов измерений использовался Z-индекс.

На основе результатов измерений вычислялось значение Z-индекса для каждого полученного от лаборатории результата измерений по формуле:

$$Z = \frac{X-A}{\sigma(\Delta_d)}, \quad (7)$$

где X – результат измерений,

A – аттестованное значение ОК для определяемого показателя,

$\sigma(\Delta_d)$ – среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики измерений, равное $\Delta/1,96$ (РМГ-103-2010 ГСИ).

Заключение о качестве результатов измерений контролируемого объекта по каждому определяемому показателю делали на основе сравнения значения $|z|$ с установленными нормативами контроля:

– при $|z| \leq 2$ качество результатов измерений признают удовлетворительным;

– при $2 < |z| \leq 3$ качество результатов измерений признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;

– при $|z| > 3$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным.

Результаты расчета z-индекса представлены в таблицах 12-21.

Таблица 12 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли алюминия

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A ,	Погрешность аттестованного значения Δ_A ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δ_x	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00091	0,00035	0,00077	0,00020	1,38	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00091	0,00035	<0,001			Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00091	0,00035	$8,8 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	0,26	Удовлетворительно
4	4	%	0,00077	0,00030	$1,5 \cdot 10^{-3}$	$0,5 \cdot 10^{-3}$	2,86	Сомнительно
5	5	%	0,00077	0,00030	0,0010	0,0010	0,45	Удовлетворительно
6	6	%	0,00077	0,00030	<0,0075			Удовлетворительно
7	8	%	0,00077	0,00030	<0,0003			Неудовлетворительно

Таблица 13 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли железа

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,0090	0,0022	0,0090	0,0011	0	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,0090	0,0022	0,0107	0,0014	2,42	Сомнительно
3	3	у.м.д., %	0,0090	0,0022	$9,9 \cdot 10^{-3}$	$0,9 \cdot 10^{-3}$	1,96	Удовлетворительно
4	4	%	0,0076	0,0019	$3,8 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-3}$	4,38	Неудовлетворительно
5	5	%	0,0076	0,0019	0,0056	0,0045	0,87	Удовлетворительно
6	6	%	0,0076	0,0019	0,0051	0,0011	3,50	Неудовлетворительно
7	8	%	0,0076	0,0019	<0,02			Удовлетворительно
8	10	%	0,0076	0,0019	0,0028	0,0017	5,53	Неудовлетворительно
9	11	%	0,0076	0,0019	<0,002			Удовлетворительно

Таблица 14 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли кальция

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,0022	0,0011	<0,003			Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,0022	0,0011	<0,003			Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,0022	0,0011	$<3 \cdot 10^{-3}$			Удовлетворительно
4	4	%	0,0019	0,0009	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$\geq 1 \cdot 10^{-4}$	0,20	Удовлетворительно
5	5	%	0,0019	0,0009	0,0023	0,0022	0,36	Удовлетворительно
6	6	%	0,0019	0,0009	0,0051	0,0011	5,70	Неудовлетворительно
7	7	у.м.д., %	0,0022	0,0011	0,00240	0,00034	0,36	Удовлетворительно
8	8	%	0,0019	0,0009	<0,003			Удовлетворительно
9	10	%	0,0019	0,0009	0,0013	0,0009	1,31	Удовлетворительно
10	11	%	0,0019	0,0009	0,0007	0,0006	3,92	Неудовлетворительно

Таблица 15 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли кремния

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00107	0,00041	0,00133	0,00035	1,44	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00107	0,00041	0,00129	0,00035	1,18	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00107	0,00041	$9 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	1,08	Удовлетворительно
4	4	%	0,00091	0,00035	$4,5 \cdot 10^{-3}$	$2,7 \cdot 10^{-3}$	2,61	Сомнительно
5	5	%	0,00091	0,00035	0,0036	0,0035	1,51	Удовлетворительно
6	6	%	0,00091	0,00035	0,0085	0,0013	11,44	Неудовлетворительно
7	8	%	0,00091	0,00035	<0,03			Удовлетворительно
8	10	%	0,00091	0,00035	<0,003			Удовлетворительно
9	11	%	0,00091	0,00035	<0,003			Удовлетворительно

Таблица 16 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли магния

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i	Погрешность аттестованного значения ΔA_i	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	2	у.м.д., %	0,00039	0,00014	<0,001			Удовлетворительно
2	3	у.м.д., %	0,00039	0,00014	$3,8 \cdot 10^{-4}$	$0,6 \cdot 10^{-4}$	0,39	Удовлетворительно
3	4	%	0,00033	0,00012	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$\geq 1 \cdot 10^{-3}$	1,31	Удовлетворительно
4	7	у.м.д., %	0,00039	0,00014	0,00038	0,00008	0,28	Удовлетворительно
5	8	%	0,00033	0,00012	<0,003			Удовлетворительно
6	10	%	0,00033	0,00012	0,0013	0,0011	1,73	Удовлетворительно
7	11	%	0,00033	0,00012	<0,001			Удовлетворительно

Таблица 17 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли марганца

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00013	0,00002	0,000124	0,000028	0,41	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00013	0,00002	0,000123	0,000035	0,39	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00013	0,00002	$2,4 \cdot 10^{-4}$	$0,4 \cdot 10^{-4}$	1,96	Удовлетворительно
4	4	%	0,00011	0,00002	$\leq 3 \cdot 10^{-4}$			Удовлетворительно
5	5	%	0,00011	0,00002	0,0010	0,0010	1,74	Удовлетворительно
6	7	у.м.д., %	0,00013	0,00002	0,000132	0,000018	0,26	Удовлетворительно
7	8	%	0,00011	0,00002	<0,001			Удовлетворительно
8	10	%	0,00011	0,00002	0,0012	0,0008	2,67	Сомнительно
9	11	%	0,00011	0,00002	<0,0007			Удовлетворительно

Таблица 18 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли меди

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00015	0,00002	0,000175	0,000040	1,04	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00015	0,00002	0,000132	0,000035	1,18	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00015	0,00002	$1,71 \cdot 10^{-4}$	$0,29 \cdot 10^{-3}$	1,96	Удовлетворительно
4	5	%	0,00013	0,00002	0,00030	0,00027	1,23	Удовлетворительно
5	7	у.м.д., %	0,00015	0,00002	0,000142	0,000020	1,15	Удовлетворительно
6	8	%	0,00013	0,00002	<0,0006			Удовлетворительно
7	10	%	0,00013	0,00002	0,00037	0,00023	2,05	Сомнительно
8	11	%	0,00013	0,00002	<0,0002			Удовлетворительно

Таблица 19 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли молибдена

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00006	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00006	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00006	0,00001	$<1 \cdot 10^{-3}$			Удовлетворительно
4	4	%	0,00005	0,00001	$1,7 \cdot 10^{-3}$	$0,5 \cdot 10^{-3}$	6,47	Неудовлетворительно
5	5	%	0,00005	0,00001	0,0010	0,0009	2,07	Сомнительно
6	8	%	0,00005	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
7	9	мкг/г урана	0,6	0,1	0,55	0,08	0,97	Удовлетворительно
8	10	%	0,00005	0,00001	<0,001			Удовлетворительно
9	11	мкг/г урана	0,6	0,1	0,57	0,13	0,36	Удовлетворительно
10	12	у.м.д., %	0,00006	0,00001	$0,008 \cdot 10^{-2}$	$0,006 \cdot 10^{-2}$	0,78	Удовлетворительно

Таблица 20 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли никеля

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00167	0,00035	0,00164	0,00040	0,17	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00167	0,00035	0,00139	0,00035	1,57	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00167	0,00035	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$0,4 \cdot 10^{-3}$	2,77	Сомнительно
4	4	%	0,00142	0,00030	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$\geq 1 \cdot 10^{-3}$	1,14	Удовлетворительно
5	5	%	0,00142	0,00030	0,0016	0,0016	0,22	Удовлетворительно
6	6	%	0,00142	0,00030	<0,0075			Удовлетворительно
7	7	у.м.д., %	0,00167	0,00035	0,00205	0,00021	3,48	Неудовлетворительно
8	8	%	0,00142	0,00030	<0,006			Удовлетворительно
9	10	%	0,00142	0,00030	0,0023	0,0016	1,08	Удовлетворительно
10	11	%	0,00142	0,00030	<0,002			Удовлетворительно

Таблица 21 – Расчет Z-индекса для измерений массовой доли фосфора

№ в отчете	Шифр лаборатории	Единицы измерения	Аттестованное значение A_i ,	Погрешность аттестованного значения ΔA_i ,	Результат лаборатории X	Погрешность результата лаборатории Δx	Z_i	Вывод
1	1	у.м.д., %	0,00604	0,00051	0,0059	0,0014	0,20	Удовлетворительно
2	2	у.м.д., %	0,00604	0,00051	0,0066	0,0017	0,67	Удовлетворительно
3	3	у.м.д., %	0,00604	0,00051	$6 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	0,05	Удовлетворительно
4	10	%	0,00512	0,00043	<0,006			Удовлетворительно

Результаты расчета z-индекса в целом коррелируют с результатами анализа по статистическому критерию.

Содержание алюминия удовлетворительно определило 5 из 7 участвующих в МСИ лабораторий, при этом результат лаборатории с шифром 4 является неудовлетворительным по статистическому критерию и сомнительным по Z-индексу.

Содержание железа в закиси-окиси урана по статистическому критерию удовлетворительно определили 4 из 9 лабораторий, представивших результаты, при этом результат лаборатории с шифром 2 является сомнительным по Z-индексу.

По результатам измерения содержания кальция неудовлетворительные результаты получили лаборатории с шифрами 6 и 11 (2 из 10 представленных результатов).

Содержание кремния неудовлетворительно определили лаборатории с шифрами 4 и 6 (2 из 9 представленных результатов), при этом результат лаборатории 4, неудовлетворительный по статистическому критерию, является сомнительным по Z-индексу.

Содержание магния удовлетворительно определили все представившие результаты лаборатории (7 из 7).

Содержание марганца неудовлетворительно определила только одна лаборатория (шифр 10) из 9 представивших результаты лабораторий.

Содержание меди также неудовлетворительно определила только одна лаборатория (шифр 10) из 8 представивших результаты лабораторий.

Содержание молибдена неудовлетворительно определили лаборатории с шифрами 4 и 5 (2 из 10 представивших результаты лабораторий), при этом результат лаборатории 5, неудовлетворительный по статистическому критерию, является сомнительным по Z-индексу.

Содержание никеля неудовлетворительно определили лаборатории с шифрами 3 и 7 (2 из 10 представивших результаты лабораторий). При этом результат лаборатории 3 является неудовлетворительным по статистическому критерию и сомнительным по Z-индексу, а результат лаборатории 7, удовлетворительный по статистическому критерию, является неудовлетворительным по Z-индексу, что является следствием малой величины погрешности, указанной лабораторией.

Содержание фосфора удовлетворительно определили все представившие результаты лабораторий.

4. Выводы

На основании результатов измерений можно сделать следующие выводы:

- массовую долю содержания алюминия удовлетворительно измерили 71,5% участников,
- массовую долю содержания железа удовлетворительно измерили 44,4% участников,
- массовую долю содержания кальция удовлетворительно измерили 80% участников,
- массовую долю содержания кремния удовлетворительно измерили 77,8% участников,

- массовую долю содержания магния удовлетворительно измерили все участники,
- массовую долю содержания марганца удовлетворительно измерили 88,9% участников,
- массовую долю содержания меди удовлетворительно измерили 87,5% участников,
- массовую долю содержания молибдена удовлетворительно измерили 80% участников,
- массовую долю содержания никеля удовлетворительно измерили 80% участников,
- массовую долю содержания фосфора удовлетворительно измерили все участники.

5. Контактные сведения о провайдере МСИ

Провайдер МСИ (АО «ВНИИНМ»), аккредитованный в национальной системе аккредитации (уникальный номер записи в реестре аккредитованных лиц RA.RU.430166 от 24.10.2016).

123060, Москва, АО «ВНИИНМ»; Тел./факс: 8 (499) 190-23-25

Руководитель провайдера МСИ – директор научно-исследовательского метрологического отделения АО «ВНИИНМ» Горшков В.Б.

Координатор программы – начальник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИНМ» Максимова И.М.

6. Конфиденциальность

Конфиденциальность результатов проведения проверок квалификации обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, разработанным провайдером МСИ АО «ВНИИНМ» во исполнение требований п.4.10 ГОСТ ISO/ИТС 17043-2013.

На основании заявления о конфиденциальности идентификация участников результаты проведенной программы проверки квалификации

известны лишь ограниченному кругу персонала Провайдера (директору отделения, начальнику СП, проводящего МСИ, и координатору) и предоставляются лабораториям-участникам и Федеральной службе по аккредитации.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, в рамках проведения МСИ был проведен контроль качества измерений содержания примесей в закиси-оксида урана.

В связи с высокой степенью очистки закиси-оксида урана, содержания многих элементов оказались ниже границы диапазона измерений применяемых методик. Этим же можно объяснить относительно большой разброс между результатами измерений лабораторий.

По результатам проведенных МСИ, всем участникам были выданы свидетельства об участии. Все свидетельства в качестве приложения содержат заключение с результатами измерений с указанием критериев их оценки.

Начальник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля к.х.н.



И.М. Максимова

Старший научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля к.т.н.



К.Н. Елистратова

Ведущий инженер-технолог лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля



Е.Е. Лебенкова