



ВНИИНМ
РОСАТОМ

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

Директор научно-исследовательского
метрологического отделения –
руководитель Провайдера МСИ

В.Б. Горшков

2022 г.



ОТЧЕТ №532/937-2022

О ПРОВЕДЕННЫХ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЯХ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
ИЗОТОПНОГО СОСТАВА УРАНА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ В ОРГАНИЗАЦИЯХ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»
ПО ПРОГРАММЕ П.МСИ.УИС-532/034-2022

МОСКВА 2022

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	3
1 Изготовление и аттестация образцов для контроля.....	3
2 Анализ методов (методик) измерений и испытаний	5
3 Анализ результатов МСИ.....	6
4 Выводы	27
5 Контактные сведения о Провайдере МСИ	27
6 Конфиденциальность	27
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	28

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий отчет составлен по итогам оказания услуг по этапу 1 договора от 19.07.2022 № 1/25496-Д на оказание услуг по организации и проведению межлабораторных сличительных испытаний в организациях атомной отрасли по измерениям объектов окружающей среды, радиационным измерениям, механическим испытаниям и измерениям делящихся материалов.

Целью межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества измерений изотопного состава урана масс-спектрометрическим методом.

В МСИ по контролю качества измерений изотопного состава урана масс-спектрометрическим методом приняли участие 9 лабораторий организаций Госкорпораций «Росатом».

Межлабораторные сличения проведены в соответствии с программой П.МСИ.УИС-532/034-2022. Для реализации Программы МСИ была выбрана параллельная схема проведения, при которой образцы рассылаются в лаборатории одновременно.

1 Изготовление и аттестация образцов для контроля

В качестве образцов для контроля (ОК) использовались комплект из двух специально изготовленных образцов азотнокислого урана. Требования к изготовлению, контролю качества, хранению изложены в ТЗ 505/532.062-2022.

Стабильность ОК была обеспечена стабильностью изотопов урана, гарантирующих неизменность метрологических характеристик за время проведения МСИ. Проверка ОК на межэкземплярную неоднородность не производилась, так как обеспечивалась процедурой приготовления ОК из

одного раствора. Прослеживаемость аттестованного значения обеспечивалась применением стандартного образца утвержденного типа, калиброванных мер вместимости и своевременно поверенным измерительным оборудованием.

Для определения приписанного значение ОК была проведена межлабораторная метрологическая аттестация по ГОСТ 8.532-2022 (Протокол аттестации №532/925-2022). Приписанные значения и их расширенные неопределенности ОК-1 и ОК-2 представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Приписанные значения ОК-1 и ОК-2 и расширенные неопределенности приписанных значений

Изотоп	ОК-1	ОК-2
^{234}U		(0,02907±0,00012) у.м.д., %
^{235}U	(0,241 ±0,006) у.м.д., %	(2,45050 ±0,00045) у.м.д., %
^{236}U		(0,3040±0,0009) у.м.д., %
^{238}U	(99,7584±0,0011) у.м.д., %	(97,2168±0,0022) у.м.д., %

Приписанные значение условной массовой доли ^{234}U и ^{238}U в ОК-1 не определялись, так как не было получено достаточное количество результатов для проведения аттестации ОК.

Материал ОК был расфасован в полипропиленовые ампулы с герметично закрывающимися крышками. Каждая ампула была снабжена этикеткой, на которой указано наименование Программы МСИ, шифр ОК, объем ОК. Потребительская и транспортная тара обеспечивали условия, при которых сохраняется целостность упаковки и неизменность метрологических характеристик материала ОК. Хранение ОК и работа с ОК производится в соответствии с требованиями ОСПОРБ-99/2010 и НРБ 99/2009. Транспортировка образцов с активностью до 10^3 Бк осуществляется без использования специальных мер безопасности.

2 Анализ методов (методик) измерений и испытаний

Для проведения измерений могли быть использованы любые методики измерений. В перечень используемых методик вошли:

- Методика измерений изотопного состава и содержания урана в технологических растворах методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой М Ж.2.0180-2019, рсФР.31.2020.0213;

- ОСТ 95 446-2001 Уран. Методика масс-спектрометрического определения изотопного состава в твёрдой фазе;

- СТК-39-2013 Уран. Методика масс-спектрометрического определения изотопного состава в твёрдой фазе;

- ОИ 001.544-2003 Изотоп урана-235. Методика масс-спектрометрического с индуктивно-связанной плазмой определения в уране и его соединениях;

- Уран. Методика измерений изотопного состава на масс-спектрометре Neptune Plus И.ЦЗЛ.МИ.357-2018;

- Уран. Методика измерений изотопного состава на масс-спектрометрах Tritone Plus, Tritone Ti И.ЦЗЛ.МИ.436-2021;

- ОИ 001.821-2020 Диоксид урана. Смешанное уран-плутониевое топливо. Методика измерений условной массовой доли изотопов урана масс-спектрометрическим методом.

При анализе методик было установлено, что все методики аттестованы, содержат метрологические характеристики и могут быть использованы для проведения измерений в соответствии с приказом ГК «Росатом» от 31.10.2013 №1/10-НПА «Об утверждении метрологических требований к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии».

3 Анализ результатов МСИ

Оценка характеристик функционирования по E_n -индексу

Обработка полученных результатов производилась в соответствии с требованиями и с использованием алгоритмов, описанных в ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для каждой лаборатории рассчитывалась величина критерия (E_n) по формуле:

$$(E_n)_i = \frac{x - X_i}{\sqrt{U_x^2 + u_x^2}}, \quad (1)$$

где X_i – результат измерения i -ой лаборатории;

x – приписанное значение ОК;

U_x – заявленное i -й лабораторией значение расширенной неопределенности результата измерения, соответствующее погрешности результата при доверительной вероятности $P=0,95$;

u_x – расширенная неопределенность приписанного значения ОК, соответствующая погрешности результата при доверительной вероятности $P=0,95$.

Если выполняется неравенство $|(E_n)_i| \leq 1$, результат i -той лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных погрешностей (неопределенности).

Если $|(E_n)_i| > 1$, результат i -той лаборатории считается неудовлетворительным.

Результаты расчета E_n представлены в таблицах 2-7.

Таблица 2 – Результаты расчета E_n при определении условной массовой доли ^{235}U в ОК-1

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	E_n	Вывод
1	1	0,241	0,006	0,23830	0,00031	0,45	удовлетворительно
2	2	0,241	0,006	0,246	0,010	0,43	удовлетворительно
3	2	0,241	0,006	0,243	0,015	0,12	удовлетворительно
4	3	0,241	0,006	0,236	0,011	0,40	удовлетворительно
5	8	0,241	0,006	0,240	0,010	0,09	удовлетворительно
6	8	0,241	0,006	0,2401	0,0010	0,15	удовлетворительно
7	8	0,241	0,006	0,2397	0,0007	0,22	удовлетворительно
8	4	0,241	0,006	0,241	0,010	0,00	удовлетворительно
9	4	0,241	0,006	0,241	0,010	0,00	удовлетворительно
10	4	0,241	0,006	0,240	0,010	0,086	удовлетворительно
11	5	0,241	0,006	0,241	0,019	0,00	удовлетворительно
12	5	0,241	0,006	0,241	0,019	0,00	удовлетворительно
13	5	0,241	0,006	0,243	0,019	0,10	удовлетворительно
14	6	0,241	0,006	0,243	0,010	0,17	удовлетворительно
15	6	0,241	0,006	0,240	0,014	0,07	удовлетворительно
16	6	0,241	0,006	0,245	0,010	0,34	удовлетворительно
17	6	0,241	0,006	0,241	0,014	0,00	удовлетворительно
18	6	0,241	0,006	0,247	0,010	0,51	удовлетворительно
19	6	0,241	0,006	0,241	0,014	0,00	удовлетворительно
20	7	0,241	0,006	0,2394	0,0029	0,24	удовлетворительно
21	7	0,241	0,006	0,2393	0,0029	0,26	удовлетворительно
22	7	0,241	0,006	0,2397	0,0029	0,20	удовлетворительно
23	7	0,241	0,006	0,2393	0,0029	0,26	удовлетворительно
24	9	0,241	0,006	0,2467	0,0148	0,36	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{235}U в ОК-1 получены только удовлетворительные результаты.

Таблица 3 – Результаты расчета E_n при определении условной массовой доли ^{238}U в ОК-1

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	E_n	Вывод
1	1	99,7584	0,0011	99,76052	0,00028	1,87	неудовлетворительно
2	2	99,7584	0,0011	99,75	0,18	0,047	удовлетворительно
3	2	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,016	удовлетворительно
4	8	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,009	удовлетворительно
5	8	99,7584	0,0011	99,76	0,07	0,023	удовлетворительно
6	8	99,7584	0,0011	99,759	0,045	0,013	удовлетворительно
7	4	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,009	удовлетворительно
8	4	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,009	удовлетворительно
9	4	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,009	удовлетворительно
10	5	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,016	удовлетворительно
11	5	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,016	удовлетворительно
12	5	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,016	удовлетворительно
13	6	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,009	удовлетворительно
14	6	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,016	удовлетворительно
15	6	99,7584	0,0011	99,75	0,18	0,047	удовлетворительно
16	6	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,016	удовлетворительно
17	6	99,7584	0,0011	99,75	0,18	0,047	удовлетворительно
18	6	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,016	удовлетворительно
19	9	99,7584	0,0011	99,7406	0,9974	0,018	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{238}U в ОК-1 получен 1 неудовлетворительный результат измерения (№1), что составляет 6% от общего числа полученных результатов.

Таблица 4 – Результаты расчета E_n при определении условной массовой доли ^{234}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	E_n	Вывод
1	1	0,02907	0,00012	0,0292	0,0005	0,25	удовлетворительно
2	2	0,02907	0,00012	0,030	0,018	0,052	удовлетворительно
3	2	0,02907	0,00012	0,0293	0,0018	0,13	удовлетворительно
4	8	0,02907	0,00012	0,030	0,018	0,052	удовлетворительно
5	8	0,02907	0,00012	0,0292	0,0035	0,04	удовлетворительно
6	8	0,02907	0,00012	0,030	0,008	0,12	удовлетворительно
7	4	0,02907	0,00012	0,0290	0,018	0,00	удовлетворительно
8	4	0,02907	0,00012	0,030	0,018	0,052	удовлетворительно
9	4	0,02907	0,00012	0,0290	0,018	0,00	удовлетворительно
10	5	0,02907	0,00012	0,0291	0,0023	0,013	удовлетворительно
11	5	0,02907	0,00012	0,0290	0,0023	0,030	удовлетворительно
12	5	0,02907	0,00012	0,0296	0,0024	0,22	удовлетворительно
13	6	0,02907	0,00012	0,0295	0,0018	0,24	удовлетворительно
14	6	0,02907	0,00012	0,029	0,018	0,00	удовлетворительно
15	6	0,02907	0,00012	0,0292	0,0018	0,07	удовлетворительно
16	6	0,02907	0,00012	0,029	0,017	0,00	удовлетворительно
17	6	0,02907	0,00012	0,0293	0,0018	0,13	удовлетворительно
18	6	0,02907	0,00012	0,029	0,017	0,00	удовлетворительно
19	7	0,02907	0,00012	0,029	0,006	0,012	удовлетворительно
20	7	0,02907	0,00012	0,029	0,006	0,012	удовлетворительно
21	9	0,02907	0,00012	0,0321	0,0064	0,47	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{234}U в ОК-2 все результаты удовлетворительны.

Таблица 5 – Результаты расчета E_n при определении условной массовой доли ^{235}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	E_n	Вывод
1	1	2,45050	0,00045	2,4475	0,0030	0,99	удовлетворительно
2	2	2,45050	0,00045	2,450	0,05	0,010	удовлетворительно
3	2	2,45050	0,00045	2,449	0,005	0,30	удовлетворительно
4	8	2,45050	0,00045	2,45	0,05	0,010	удовлетворительно
5	8	2,45050	0,00045	2,455	0,006	0,75	удовлетворительно
6	8	2,45050	0,00045	2,452	0,007	0,21	удовлетворительно
7	4	2,45050	0,00045	2,45	0,05	0,01	удовлетворительно
8	4	2,45050	0,00045	2,46	0,05	0,19	удовлетворительно
9	4	2,45050	0,00045	2,45	0,05	0,01	удовлетворительно
10	5	2,45050	0,00045	2,451	0,005	0,10	удовлетворительно
11	5	2,45050	0,00045	2,452	0,005	0,30	удовлетворительно
12	5	2,45050	0,00045	2,451	0,005	0,10	удовлетворительно
13	6	2,45050	0,00045	2,456	0,005	1,10	неудовлетворительно
14	6	2,45050	0,00045	2,48	0,05	0,59	удовлетворительно
15	6	2,45050	0,00045	2,455	0,005	0,90	удовлетворительно
16	6	2,45050	0,00045	2,46	0,05	0,19	удовлетворительно
17	6	2,45050	0,00045	2,457	0,005	1,29	неудовлетворительно
18	6	2,45050	0,00045	2,46	0,05	0,19	удовлетворительно
19	7	2,45050	0,00045	2,450	0,005	0,10	удовлетворительно
20	7	2,45050	0,00045	2,450	0,005	0,10	удовлетворительно
21	9	2,45050	0,00045	2,485	0,1491	0,23	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{235}U в ОК-2 получено 2 неудовлетворительных результата измерения (№13 и №17), что составляет 9,5% от общего числа полученных результатов.

Таблица 6 – Результаты расчета E_n при определении условной массовой доли ^{236}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	E_n	Вывод
1	1	0,3040	0,0009	0,3026	0,00021	1,51	неудовлетворительно
2	2	0,3040	0,0009	0,306	0,030	0,067	удовлетворительно
3	2	0,3040	0,0009	0,3040	0,0015	0,00	удовлетворительно
4	8	0,3040	0,0009	0,304	0,035	0,00	удовлетворительно
5	8	0,3040	0,0009	0,3043	0,0022	0,13	удовлетворительно
6	8	0,3040	0,0009	0,305	0,005	0,20	удовлетворительно
7	4	0,3040	0,0009	0,306	0,035	0,057	удовлетворительно
8	4	0,3040	0,0009	0,306	0,035	0,057	удовлетворительно
9	4	0,3040	0,0009	0,305	0,035	0,029	удовлетворительно
10	5	0,3040	0,0009	0,3035	0,0018	0,25	удовлетворительно
11	5	0,3040	0,0009	0,3036	0,0018	0,20	удовлетворительно
12	5	0,3040	0,0009	0,3033	0,0018	0,35	удовлетворительно
13	6	0,3040	0,0009	0,303	0,035	0,029	удовлетворительно
14	6	0,3040	0,0009	0,3046	0,0015	0,34	удовлетворительно
15	6	0,3040	0,0009	0,303	0,035	0,029	удовлетворительно
16	6	0,3040	0,0009	0,3045	0,0015	0,29	удовлетворительно
17	6	0,3040	0,0009	0,294	0,045	0,22	удовлетворительно
18	6	0,3040	0,0009	0,3047	0,0015	0,40	удовлетворительно
19	7	0,3040	0,0009	0,30	0,06	0,067	удовлетворительно
20	7	0,3040	0,0009	0,30	0,06	0,067	удовлетворительно
21	9	0,3040	0,0009	0,3131	0,0407	0,224	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{236}U в ОК-1 получен 1 неудовлетворительный результат измерения (№1), что составляет 5% от общего числа полученных результатов.

Таблица 7 – Результаты расчета E_n при определении условной массовой доли ^{238}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лабораторий, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	E_n	Вывод
1	1	97,2168	0,0022	97,2208	0,0032	1,03	неудовлетворительно
2	2	97,2168	0,0022	97,21	0,17	0,040	удовлетворительно
3	2	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,032	удовлетворительно
4	8	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,018	удовлетворительно
5	8	97,2168	0,0022	97,21	0,07	0,10	удовлетворительно
6	8	97,2168	0,0022	97,213	0,045	0,08	удовлетворительно
7	4	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,018	удовлетворительно
8	4	97,2168	0,0022	97,21	0,18	0,038	удовлетворительно
9	4	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,018	удовлетворительно
10	5	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,032	удовлетворительно
11	5	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,032	удовлетворительно
12	5	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,032	удовлетворительно
13	6	97,2168	0,0022	97,19	0,17	0,16	удовлетворительно
14	6	97,2168	0,0022	97,21	0,10	0,068	удовлетворительно
15	6	97,2168	0,0022	97,21	0,17	0,040	удовлетворительно
16	6	97,2168	0,0022	97,21	0,10	0,068	удовлетворительно
17	6	97,2168	0,0022	97,22	0,17	0,019	удовлетворительно
18	6	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,032	удовлетворительно
19	7	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,018	удовлетворительно
20	7	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,018	удовлетворительно
21	9	97,2168	0,0022	97,1673	0,9717	0,051	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{238}U в ОК-2 получен 1 неудовлетворительный результат измерения (№1), что составляет 5% от общего числа полученных результатов.

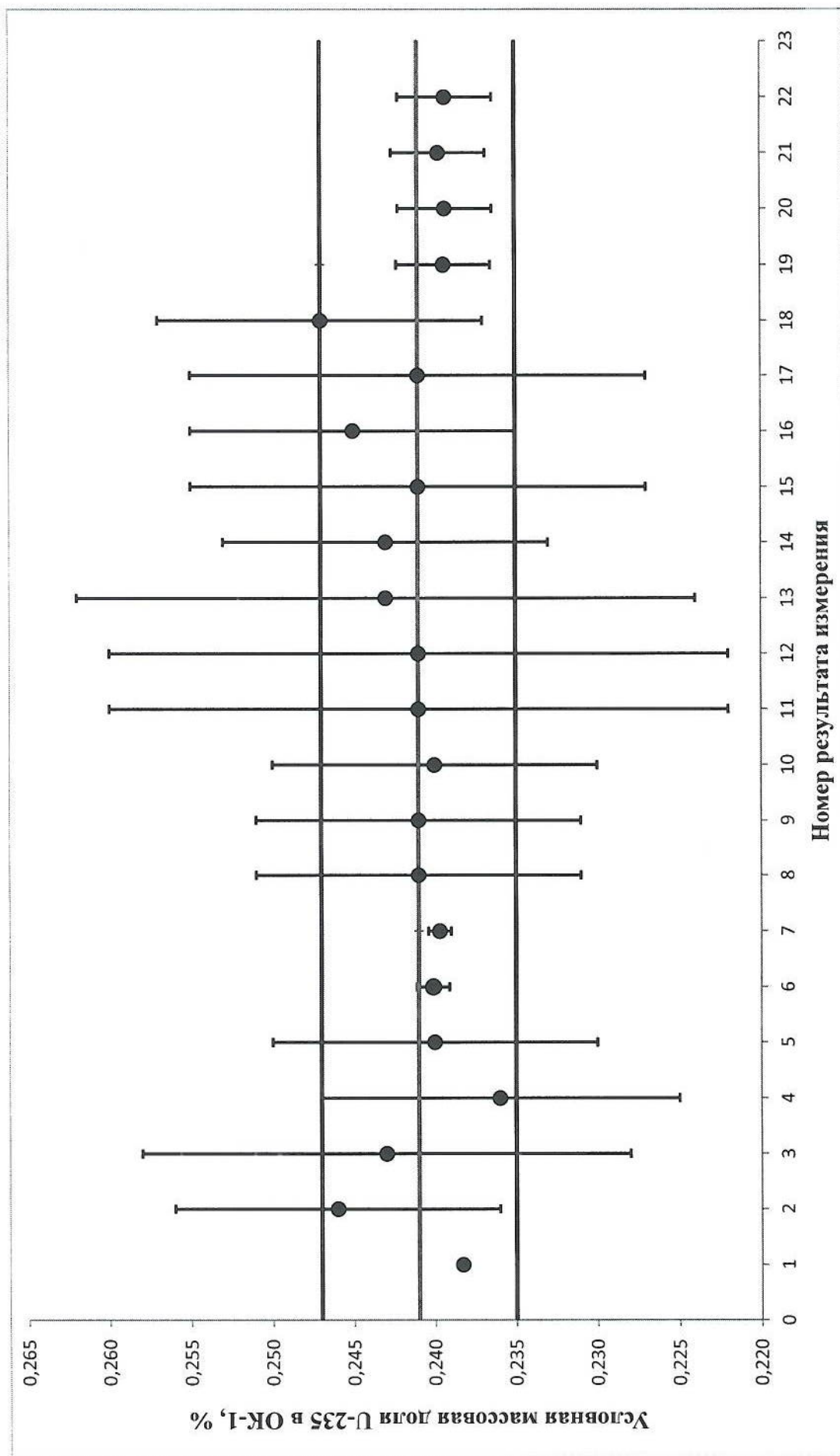


Рисунок 1 – Результаты измерений условной массовой доли ^{235}U в ОК-1

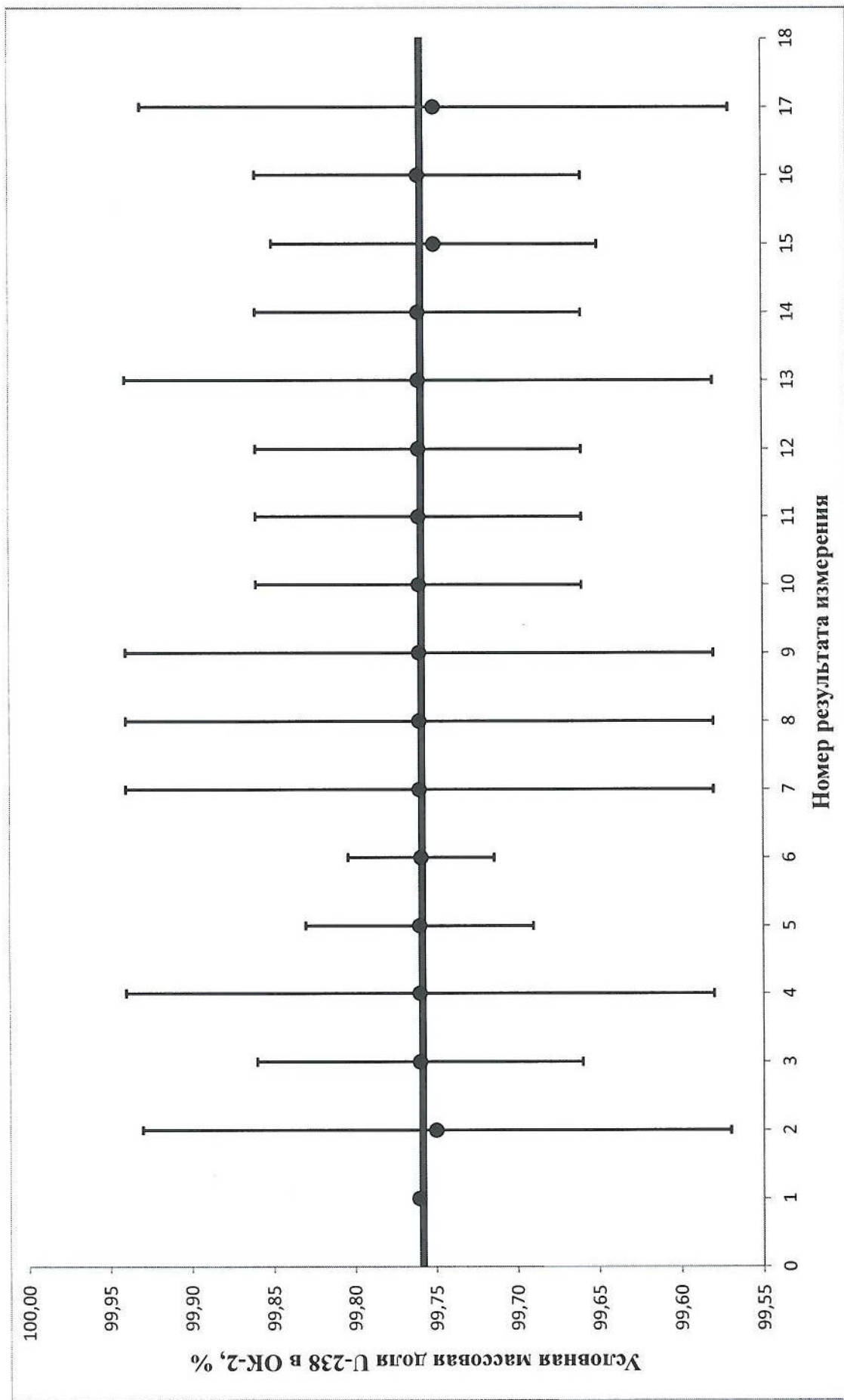


Рисунок 2 – Результаты измерений условной массовой доли ^{238}U в ОК-1

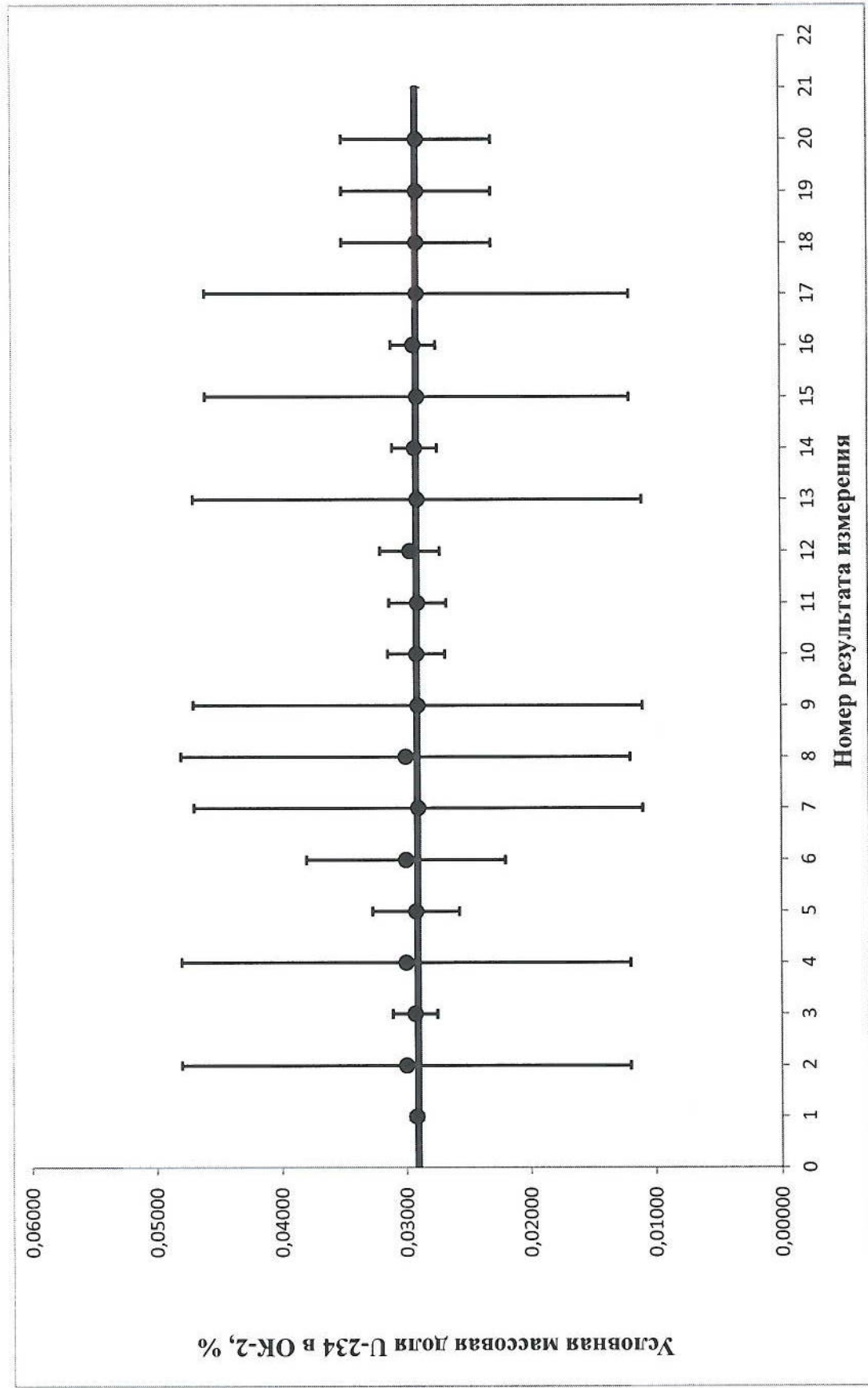


Рисунок 3 – Результаты измерений условной массовой доли ^{234}U в ОК-2

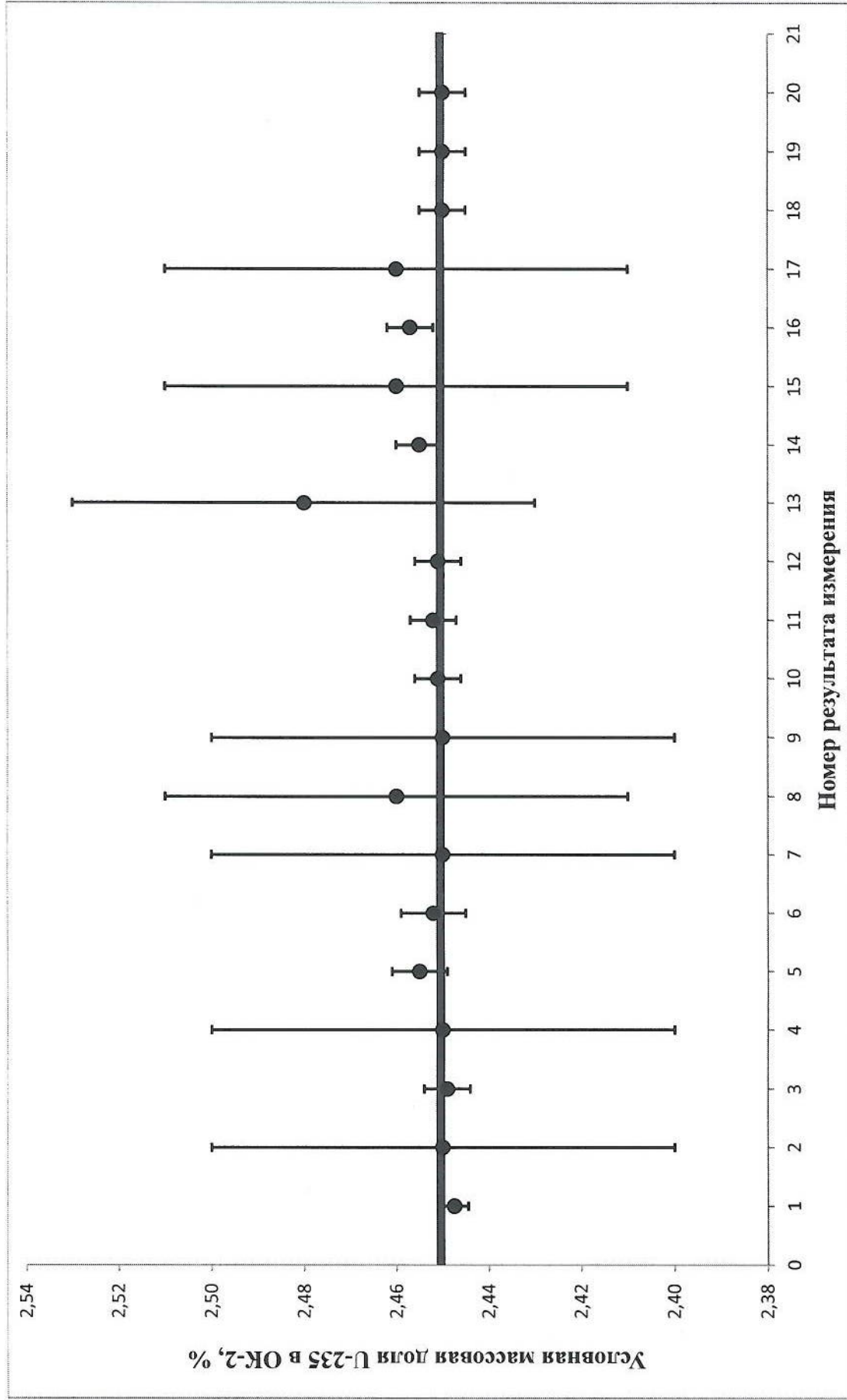


Рисунок 4 – Результаты измерений условной массовой доли ^{235}U в ОК-2

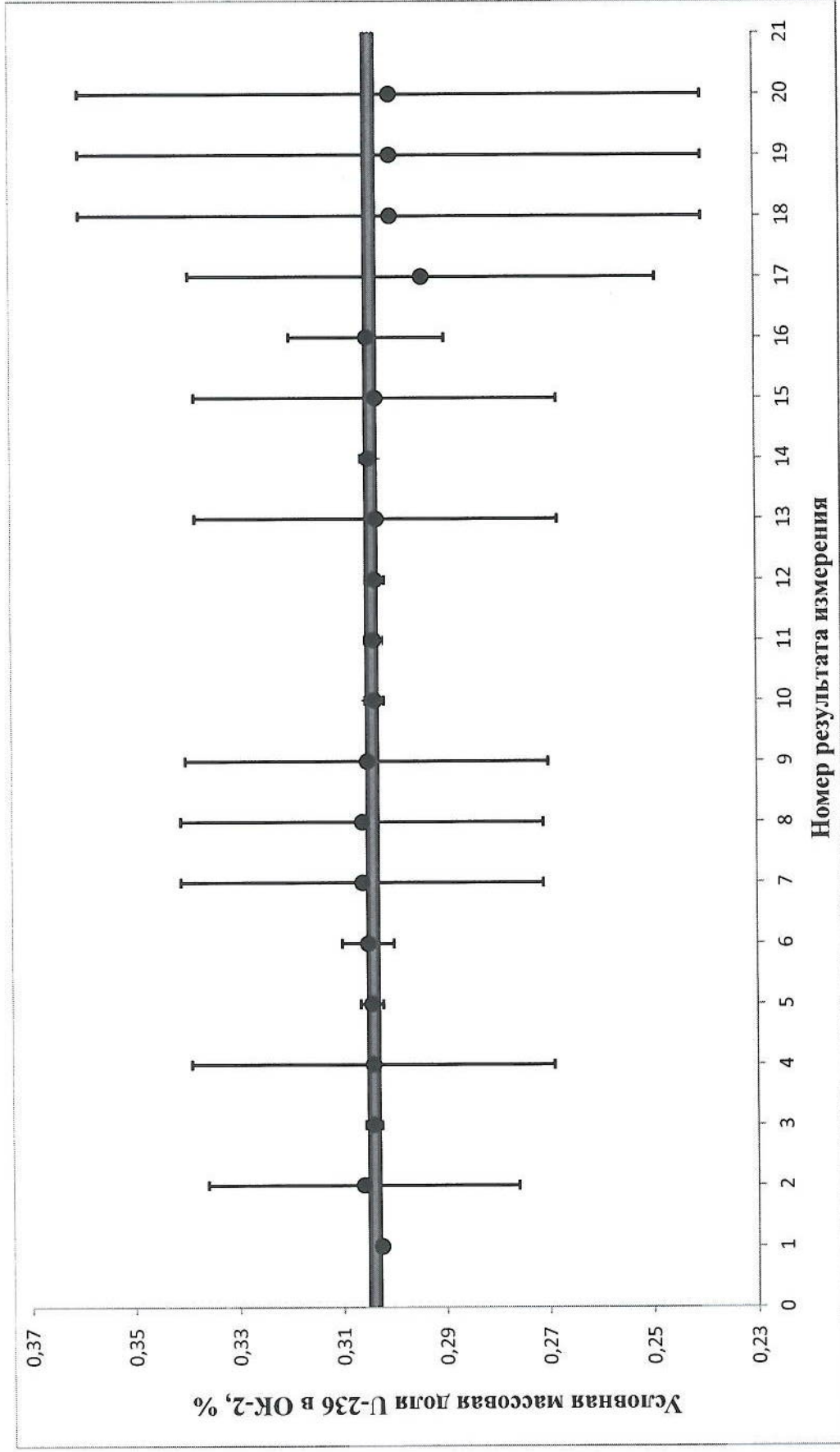


Рисунок 5 – Результаты измерений условной массовой доли ^{236}U в ОК-2

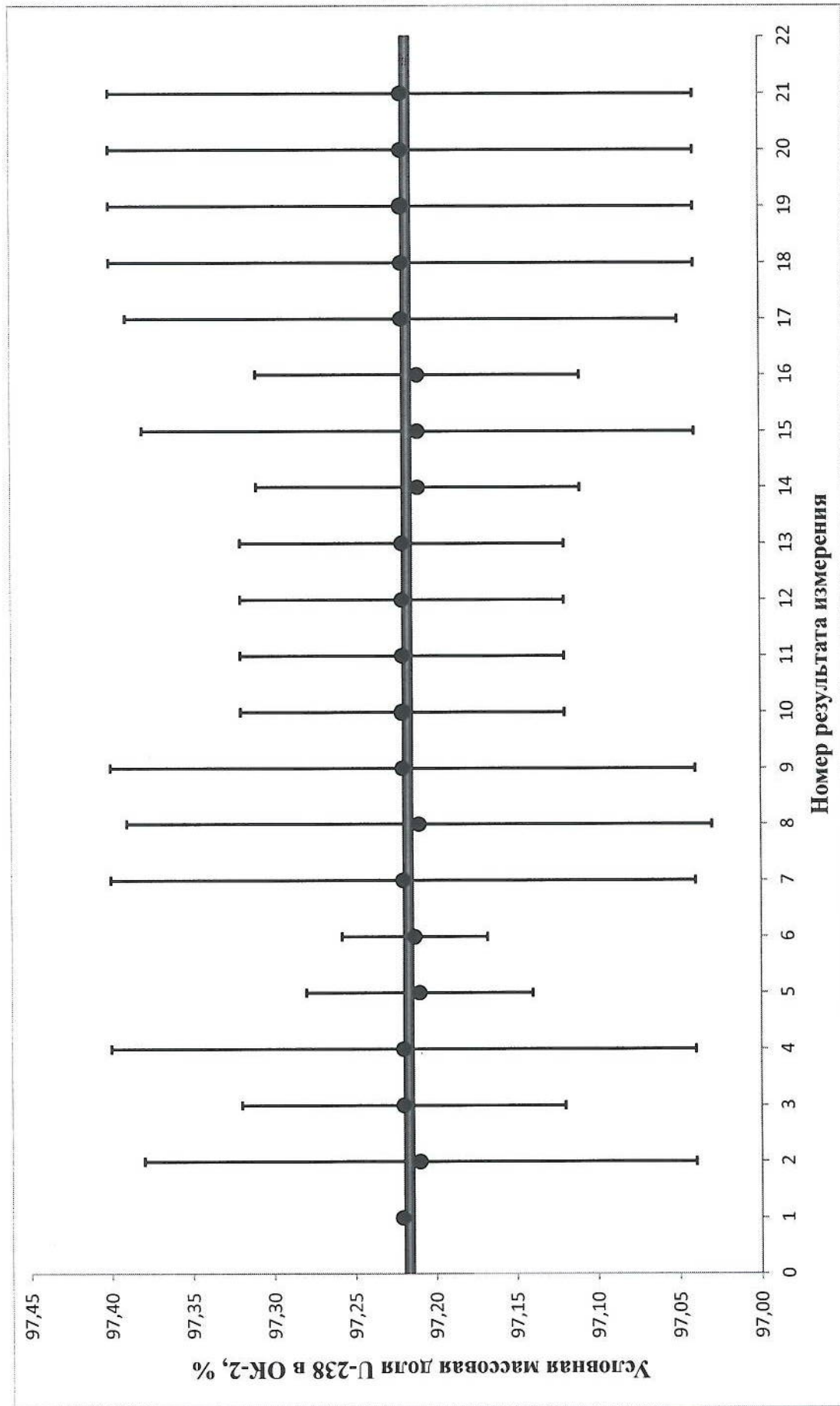


Рисунок 6 – Результаты измерений условной массовой доли ^{238}U в ОК-2

На рисунках 1-6 представлены диаграммы, являющиеся графическим отображением оценки результата лаборатории по E_n -индексу. На диаграммах каждый результат представлен с указанием расширенной неопределенности (погрешности) результата измерений, указанной лабораторией.

Центральной линией на диаграммах обозначено приписанное значение ОК. Интервал, ограниченный верхней и нижней линиями, – границы расширенной неопределенности приписанного значения ОК. Результаты измерений, которые удовлетворяют значению критерия $|E_n| \leq 1$, считаются удовлетворительными в границах заявленных неопределенностей (погрешностей).

Оценка результатов исследования по Z-индексу

Вторым критерием оценки качества результатов измерений, проведенных лабораторией, является Z-индекс.

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

$$Z = \frac{X - C}{\sigma(\Delta_d)}, \quad (2)$$

где X – результат измерений;

C – приписанное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$ – среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики измерений, равное $\Delta/2$ (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.

Так как в ряде случаев неопределенность приписанного значения существенно превышала погрешность (неопределенность) результата, предоставленного лабораторией, для таких результатов был рассчитан Z' -индекс по формуле:

$$Z' = \frac{x - X_i}{\sqrt{\sigma^2 + U_X^2}} \quad (3)$$

Нормативы контроля Z' -индекса соответствуют нормативу контроля Z -индекса.

Результаты расчета Z -индекса и Z' -индекса представлены в таблицах 8-13.

Таблица 8 – Результаты расчета Z-индекса и Z'-индекса при определении условной массовой доли ^{235}U в ОК-1

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Z'	Вывод
1	1	2	3	4	5	6		7
1	2	0,241	0,006	0,23830	0,00031		0,45	удовлетворительно
2	2	0,241	0,006	0,246	0,010	1,00		удовлетворительно
3	3	0,241	0,006	0,243	0,015	0,27		удовлетворительно
4	8	0,241	0,006	0,236	0,011	0,91		удовлетворительно
5	8	0,241	0,006	0,240	0,010	0,20		удовлетворительно
6	8	0,241	0,006	0,2401	0,0010	1,80		удовлетворительно
7	4	0,241	0,006	0,2397	0,0007		0,22	удовлетворительно
8	4	0,241	0,006	0,241	0,010	0,00		удовлетворительно
9	4	0,241	0,006	0,241	0,010	0,00		удовлетворительно
10	5	0,241	0,006	0,240	0,010	0,00		удовлетворительно
11	5	0,241	0,006	0,241	0,019	0,00		удовлетворительно
12	5	0,241	0,006	0,241	0,019	0,00		удовлетворительно
13	6	0,241	0,006	0,243	0,019	0,21		удовлетворительно
14	6	0,241	0,006	0,243	0,010	0,40		удовлетворительно
15	6	0,241	0,006	0,240	0,014	0,14		удовлетворительно
16	6	0,241	0,006	0,245	0,010	0,80		удовлетворительно
17	6	0,241	0,006	0,241	0,014	0,00		удовлетворительно
18	6	0,241	0,006	0,247	0,010	1,20		удовлетворительно
19	7	0,241	0,006	0,241	0,014	0,00		удовлетворительно
20	7	0,241	0,006	0,2394	0,0029	1,10		удовлетворительно
21	7	0,241	0,006	0,2393	0,0029	1,17		удовлетворительно
22	7	0,241	0,006	0,2397	0,0029	0,90		удовлетворительно
23	9	0,241	0,006	0,2393	0,0029	1,17		удовлетворительно
24		0,241	0,006	0,2467	0,0148	0,77		удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{235}U все результаты удовлетворительны.

Таблица 9 – Результаты расчета Z-индекса при определении условной массовой доли ^{238}U в ОК-1

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод
1	1	99,7584	0,0011	99,76052	0,00028	15,14	неудовлетворительно
2	2	99,7584	0,0011	99,75	0,18	0,093	удовлетворительно
3	2	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,032	удовлетворительно
4	8	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,018	удовлетворительно
5	8	99,7584	0,0011	99,76	0,07	0,046	удовлетворительно
6	8	99,7584	0,0011	99,759	0,045	0,027	удовлетворительно
7	4	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,018	удовлетворительно
8	4	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,018	удовлетворительно
9	4	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,018	удовлетворительно
10	5	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,032	удовлетворительно
11	5	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,032	удовлетворительно
12	5	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,032	удовлетворительно
13	6	99,7584	0,0011	99,76	0,18	0,018	удовлетворительно
14	6	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,032	удовлетворительно
15	6	99,7584	0,0011	99,75	0,18	0,093	удовлетворительно
16	6	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,032	удовлетворительно
17	6	99,7584	0,0011	99,75	0,18	0,093	удовлетворительно
18	6	99,7584	0,0011	99,76	0,10	0,032	удовлетворительно
19	9	99,7584	0,0011	99,7406	0,9974	0,036	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{238}U в ОК-1 получен 1 неудовлетворительный по Z-индексу результат (№1).

Таблица 10 – Результаты расчета Z-индекса при определении условной массовой доли ^{234}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод
1	1	0,02907	0,00012	0,0292	0,0005	0,52	удовлетворительно
2	2	0,02907	0,00012	0,030	0,018	0,103	удовлетворительно
3	2	0,02907	0,00012	0,0293	0,0018	0,26	удовлетворительно
4	8	0,02907	0,00012	0,030	0,018	0,103	удовлетворительно
5	8	0,02907	0,00012	0,0292	0,0035	0,07	удовлетворительно
6	8	0,02907	0,00012	0,030	0,008	0,23	удовлетворительно
7	4	0,02907	0,00012	0,0290	0,018	0,01	удовлетворительно
8	4	0,02907	0,00012	0,030	0,018	0,103	удовлетворительно
9	4	0,02907	0,00012	0,0290	0,018	0,01	удовлетворительно
10	5	0,02907	0,00012	0,0291	0,0023	0,026	удовлетворительно
11	5	0,02907	0,00012	0,0290	0,0023	0,061	удовлетворительно
12	5	0,02907	0,00012	0,0296	0,0024	0,44	удовлетворительно
13	6	0,02907	0,00012	0,0295	0,0018	0,48	удовлетворительно
14	6	0,02907	0,00012	0,029	0,018	0,01	удовлетворительно
15	6	0,02907	0,00012	0,0292	0,0018	0,14	удовлетворительно
16	6	0,02907	0,00012	0,029	0,017	0,01	удовлетворительно
17	6	0,02907	0,00012	0,0293	0,0018	0,26	удовлетворительно
18	6	0,02907	0,00012	0,029	0,017	0,01	удовлетворительно
19	7	0,02907	0,00012	0,029	0,006	0,023	удовлетворительно
20	7	0,02907	0,00012	0,029	0,006	0,023	удовлетворительно
21	9	0,02907	0,00012	0,0321	0,0064	0,95	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{234}U в ОК-2 все полученные результаты удовлетворительны.

Таблица 11 – Результаты расчета Z-индекса при определении условной массовой доли ^{235}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод
1	1	2,45050	0,00045	2,4475	0,0030	2,00	сомнительно
2	2	2,45050	0,00045	2,450	0,05	0,020	удовлетворительно
3	2	2,45050	0,00045	2,449	0,005	0,60	удовлетворительно
4	8	2,45050	0,00045	2,45	0,05	0,020	удовлетворительно
5	8	2,45050	0,00045	2,455	0,006	1,50	удовлетворительно
6	8	2,45050	0,00045	2,452	0,007	0,43	удовлетворительно
7	4	2,45050	0,00045	2,45	0,05	0,02	удовлетворительно
8	4	2,45050	0,00045	2,46	0,05	0,38	удовлетворительно
9	4	2,45050	0,00045	2,45	0,05	0,02	удовлетворительно
10	5	2,45050	0,00045	2,451	0,005	0,20	удовлетворительно
11	5	2,45050	0,00045	2,452	0,005	0,60	удовлетворительно
12	5	2,45050	0,00045	2,451	0,005	0,20	удовлетворительно
13	6	2,45050	0,00045	2,456	0,005	2,20	неудовлетворительно
14	6	2,45050	0,00045	2,48	0,05	1,18	удовлетворительно
15	6	2,45050	0,00045	2,455	0,005	1,80	удовлетворительно
16	6	2,45050	0,00045	2,46	0,05	0,38	удовлетворительно
17	6	2,45050	0,00045	2,457	0,005	2,60	неудовлетворительно
18	6	2,45050	0,00045	2,46	0,05	0,38	удовлетворительно
19	7	2,45050	0,00045	2,450	0,005	0,20	удовлетворительно
20	7	2,45050	0,00045	2,450	0,005	0,20	удовлетворительно
21	9	2,45050	0,00045	2,485	0,1491	0,47	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{235}U в ОК-2 получен 1 сомнительный результат, являющийся неудовлетворительным по статистическому критерию, и 2 неудовлетворительных результата.

Таблица 12 – Результаты расчета Z-индекса при определении условной массовой доли ^{236}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод
1	1	0,3040	0,0009	0,3026	0,00021	13,3	неудовлетворительно
2	2	0,3040	0,0009	0,306	0,030	0,133	удовлетворительно
3	2	0,3040	0,0009	0,3040	0,0015	0,00	удовлетворительно
4	8	0,3040	0,0009	0,304	0,035	0,00	удовлетворительно
5	8	0,3040	0,0009	0,3043	0,0022	0,27	удовлетворительно
6	8	0,3040	0,0009	0,305	0,005	0,40	удовлетворительно
7	4	0,3040	0,0009	0,306	0,035	0,11	удовлетворительно
8	4	0,3040	0,0009	0,306	0,035	0,114	удовлетворительно
9	4	0,3040	0,0009	0,305	0,035	0,057	удовлетворительно
10	5	0,3040	0,0009	0,3035	0,0018	0,56	удовлетворительно
11	5	0,3040	0,0009	0,3036	0,0018	0,44	удовлетворительно
12	5	0,3040	0,0009	0,3033	0,0018	0,78	удовлетворительно
13	6	0,3040	0,0009	0,303	0,035	0,057	удовлетворительно
14	6	0,3040	0,0009	0,3046	0,0015	0,80	удовлетворительно
15	6	0,3040	0,0009	0,303	0,035	0,057	удовлетворительно
16	6	0,3040	0,0009	0,3045	0,0015	0,67	удовлетворительно
17	6	0,3040	0,0009	0,294	0,045	0,44	удовлетворительно
18	6	0,3040	0,0009	0,3047	0,0015	0,93	удовлетворительно
19	7	0,3040	0,0009	0,30	0,06	0,13	удовлетворительно
20	7	0,3040	0,0009	0,30	0,06	0,13	удовлетворительно
21	9	0,3040	0,0009	0,3131	0,0407	0,447	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{236}U в ОК-2 получен 1 неудовлетворительный результат, который является неудовлетворительным по статистическому критерию.

Таблица 13 – Результаты расчета Z-индекса при определении условной массовой доли ^{238}U в ОК-2

Номер результата	Шифр лаборатории	Приписанное значение ОК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод
1	1	97,2168	0,0022	97,2208	0,0032	2,5	сомнительно
2	2	97,2168	0,0022	97,21	0,17	0,080	удовлетворительно
3	2	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,064	удовлетворительно
4	8	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,036	удовлетворительно
5	8	97,2168	0,0022	97,21	0,07	0,19	удовлетворительно
6	8	97,2168	0,0022	97,213	0,045	0,17	удовлетворительно
7	4	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,036	удовлетворительно
8	4	97,2168	0,0022	97,21	0,18	0,08	удовлетворительно
9	4	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,036	удовлетворительно
10	5	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,064	удовлетворительно
11	5	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,064	удовлетворительно
12	5	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,064	удовлетворительно
13	6	97,2168	0,0022	97,19	0,17	0,32	удовлетворительно
14	6	97,2168	0,0022	97,21	0,10	0,136	удовлетворительно
15	6	97,2168	0,0022	97,21	0,17	0,08	удовлетворительно
16	6	97,2168	0,0022	97,21	0,10	0,136	удовлетворительно
17	6	97,2168	0,0022	97,22	0,17	0,038	удовлетворительно
18	6	97,2168	0,0022	97,22	0,10	0,06	удовлетворительно
19	7	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,036	удовлетворительно
20	7	97,2168	0,0022	97,22	0,18	0,036	удовлетворительно
21	9	97,2168	0,0022	97,1673	0,9717	0,102	удовлетворительно

По итогам измерений условной массовой доли ^{238}U в ОК-2 получен 1 сомнительный результат измерений, который является неудовлетворительным по статистическому критерию.

В целом результаты расчета Z-индекса коррелируют с анализом статистического критерия

4 Выводы

По результатам проведения межлабораторных сличительных испытаний по контролю качества измерений изотопного состава урана можно сделать следующие выводы:

- неудовлетворительные и сомнительные результаты с номером 1 принадлежат одной измерительной лаборатории, результаты которой представлены с очень низкой заявленной погрешностью. Это определяет неудовлетворительные результаты участия в межлабораторных сличительных испытаниях;

- измеритель, предоставивший неудовлетворительные результаты №13 и №17 при измерении ^{235}U в ОК-2, также предоставил удовлетворительные результаты с использованием других методик и средств измерений.

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).

Контактная информация: 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/ТС 17043-2013.

На основании заявления о конфиденциальности идентификация участников и результаты проведенной программы проверки квалификации известны лишь ограниченному кругу персонала Провайдера (директору отделения, начальнику СП, проводящего МСИ, и координатору) и предоставляются лабораториям-участникам.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам проведенных МСИ всем участникам были выданы свидетельства об участии.

Все свидетельства в качестве приложения содержат заключения с указанием критериев оценки результатов измерений.

Начальник лаборатории
метрологического обеспечения
аналитического контроля –
координатор МСИ, к.х.н.



И.М. Максимова

Ведущий инженер-технолог лаборатории



Е.Е. Лебенкова

Конец отчета