


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 -
заместитель генерального директора
по техническому регулированию,
качеству и метрологии –
директор отделения
А.Ю. Стелюк
» декабрь 2025 г.



ОТЧЕТ №532/1197-2025

О ПРОВЕДЕНИИ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
ПОСРЕДСТВОМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ
ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ УРАНА

П.МСИ.МКУ-532/021-2025

(Окончательный)

Москва 2025

Содержание

Введение	3
1 Определяемые параметры (показатели).....	3
2 Образцы для проверки квалификации.....	3
3 Методы (методики) измерений	5
4 Анализ результатов измерений	7
5 Выводы и рекомендации.....	14
6 Контактные сведения о Провайдере МСИ.....	14
7 Конфиденциальность	15
Заключение	15

Введение

В рамках выполнения этапа 1 договора от 11.08.2025 № 1/32710-Д с Госкорпорацией «Росатом» проведена программа проверки квалификации посредством межлабораторных сличительных испытаний (далее – МСИ) по контролю качества измерений массовой концентрации урана в водных средах (природных, сточных водах).

Всего в МСИ приняли участие 15 измерительных (испытательных) лаборатории (далее – ИЛ).

Программа выполнена в полном объеме и в установленные сроки.

Работы на субподрядной основе по программе не выполнялись.

Цель программы: проверка качества измерений массовой концентрации урана в водных средах (природных, сточных водах) и оценка функционирования участников МСИ.

1 Определяемые параметры (показатели)

Объект измерений: природные, сточные воды.

Определяемые показатели: уран (массовая концентрация урана).

Образец для проверки квалификации (ОПК): имитант реальной пробы (водный раствор урана).

Диапазон измерений: от 0,1 до 1500 мг/дм³.

2 Образцы для проверки квалификации

В качестве ОПК при проведении МСИ использованы имитанты реальных проб водных сред (раствор урана).

Требования к ОПК, условиям их хранения и транспортировки установлены в техническом задании № 505/532-80-2025.

В качестве исходного материала для изготовления ОПК был использован стандартный образец утвержденного типа (ГСО 8363-2003), представляющий из себя мелкодисперсный порошок закиси-окиси урана. Из данного ГСО был приготовлен раствор урана с концентрацией (30,0±0,30) г/дм³. Раствор был

разбавлен до массовой концентрации (6179 ± 197) мг/дм³ и расфасован в герметичные полипропиленовые пробирки по 2,2 см³.

Опорные (приписанные) значения ОПК были установлены по процедуре приготовления ОПК согласно ГОСТ Р 50779.60-2017 «Статистические методы. Применение при проверке квалификации посредством межлабораторных испытаний» по процедуре приготовления ОПК (протокол установления приписанного значения 532/1133/1-2025).

Приписанное значение ОПК и его расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k=2$ соответствуют установленному по процедуре приготовления значению и погрешности установленного значения при доверительной вероятности $P=0,95$.

Прослеживаемость приписанного значения ОПК к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 обеспечивается согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 года № 148, применением для изготовления ОПК стандартных образцов утвержденного типа и поверенных средств измерений.

Измерения, подтверждающие однородность и стабильность материала ОПК не проводились, так как количество изготавливаемых ОПК ограничивалось количеством поступивших заявок от участников. Провайдер гарантирует соблюдение межэкземплярной однородности с учетом накопленного опыта процедурой изготовления ОПК из одного водного раствора ОПК при постоянном перемешивании. Данный подход не противоречит п. 6.1.1 ГОСТ 50779.60-2017. Стабильность ОПК обеспечена неизменностью метрологических характеристик раствора за время проведения МСИ. Радиоактивным распадом входящих в состав ОПК изотопов урана можно пренебречь.

Всего было изготовлено 28 концентрированных ОПК. В задании на измерение (приложение Б Программы) было предусмотрено несколько схем

разбавления, позволяющих подготовить материал ОПК таким образом, чтобы проводить измерения в требуемом каждой ИЛ диапазоне измерений.

Полученные ОПК были зашифрованы, упакованы в пластиковые пакеты, снабжены заданиями на измерения, чек-листами о получении ОПК и направлены с сопроводительными письмами ИЛ.

Распределение ОПК участникам осуществлялось параллельно и случайным образом.

3 Методы (методики) измерений

ИЛ могли использовать любые аттестованные методики измерений. В перечень использованных методик измерений вошли:

ВШКЛ. 25102.00003 «Уран. Методика титриметрического ферро-фосфатно-ванадатного измерения в технологических продуктах»;

ИА 67-05-2023 «Методика измерений массовой концентрации урана в сбросных растворах фотометрическим методом с арсеназо III»;

МВИ 38-004-2016 Технологические растворы. Твердые и жидкие урансодержащие обороты. Ферро-фосфатно-ванадатный метод измерения урана с применением автоматического титратора»;

ОИ 001.446-98 «Уран. Методика ферро-фосфатно-ванадатного определения в технологических продуктах»;

ОИ 001.669-2023 «Технологические продукты, жидкие радиоактивные отходы. Методика измерений массы урана фотометрическим методом»;

ОИ 001.698-2010 «Растворы технологические и масла. Методика выполнения измерений содержания урана с арсеназо III»;

ОИ 001.817-2015 «Гексафторид урана гидролизованный и технологические растворы. Методика выполнения измерений массовой концентрации урана методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой»;

ОИ 001.886-2020 «Растворы технологические. Методика измерения массовой концентрации урана спектрофотометрическим методом»;

ОИ 001.903-2020 «Растворы технологические. Методика измерения массовой концентрации урана методом Девиса-Грея»;

ОИ 001.930-2021 «Технологические растворы. Определение элементного состава атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методом»;

ТИ 25203.00012 «Уран. Рентгеноспектральный метод определения в технологических растворах»;

ТИ 25000.00374 «Уран. Рентгенофлуоресцентный метод измерений в технологических азотнокислых растворах с применением прибора РКМ-1»;

ТИ 25000.00527 «Уран. Рентгенофлуоресцентный метод измерений в технологических растворах»;

ТИ 25000.00529 «Уран. Рентгенофлуоресцентный метод измерений в технологических фтористоводородных, азотнокислых и солянокислых растворах с применением прибора РКМ-1М»;

ТИ 25000.00542 «Технологические сливные воды. Определение массовой концентрации урана методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой»;

ТИ 25000.00522 «Уран. Масс-спектральный метод измерения в технологических сливных растворах»;

ПНД Ф 14.1:2:4.38-95 «Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации урана в пробах природной, питьевой и сточной воды на анализаторе жидкости «Флюорат-02»;

СТК-109-2019 «Уран. Методика ферро-фосфатно-ванадатного измерения в технологических продуктах».

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».

4 Анализ результатов измерений

Использованные методы статистического анализа результатов регламентированы ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для каждой лаборатории рассчитывалась величина статистического критерия (E_n) по формуле (п. 9.7 ГОСТ Р 50779.60-2017)

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

где X_i – результат измерения i -ой лаборатории;

x – приписанное значение ОПК;

U_x – заявленное i -й лабораторией значение расширенной неопределенности результата измерения при $k=2$, соответствующее погрешности результата при доверительной вероятности $P=0,95$;

U_X – расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, соответствующая его погрешности 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.

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

На основе результатов измерений вычислялось значение Z -индекса для каждого полученного от лаборатории результата измерений по формуле (п. 9.4 ГОСТ Р 50779.60-2017)

$$Z = \frac{X - C}{\sigma_{pt}}, \quad (2)$$

где X – результат измерений;

C – приписанное значение ОПК для определяемого показателя;

σ_{pt} – стандартное отклонение для оценки квалификации.

За стандартное отклонение для оценки квалификации установлено среднее квадратическое отклонение воспроизводимости методик измерений, определяемое как $\sigma_{pt} = \Delta/2$ (п. Е.3 Приложения Е РМГ-103-2010 ГСОЕИ. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико-химическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний).

Значения статистического критерия и Z – индекса округлялись до второй значащей цифры после запятой.

Качество измерений в лаборатории признается удовлетворительным, если оба коэффициента имеют удовлетворительное значение или статистический критерий является удовлетворительным, а Z -индекс – сомнительным. В противном случае – качество измерений в лаборатории признается неудовлетворительным.

Результаты расчетов статистического критерия и Z -индекса для результатов измерений представлены в таблицах 1-4.

Таблица 1 – Анализ результатов измерений в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/дм³ (природные воды) по статистическому критерию

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, мг/дм ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, мг/дм ³	Результат измерения лаборатории, мг/дм ³	Погрешность (неопределенность) лаборатории, мг/дм ³	$ E_n $	Вывод по E_n
1	6	24	0,618	0,030	0,62	0,13	0,015	Удовлетворительно
2	6	24	0,618	0,030	0,61	0,12	0,065	Удовлетворительно
3	8	4	0,618	0,030	0,53	0,20	0,44	Удовлетворительно
4	8	4	0,618	0,030	0,54	0,18	0,43	Удовлетворительно
5	8	3	0,618	0,030	0,49	0,20	0,63	Удовлетворительно
6	10	5	0,618	0,030	0,58	0,14	0,27	Удовлетворительно
7	11	1	0,618	0,030	0,62	0,14	0,014	Удовлетворительно
8	12	17	0,618	0,030	0,50	0,13	0,88	Удовлетворительно

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, мг/дм ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, мг/дм ³	Результат измерения лаборатории, мг/дм ³	Погрешность (неопределенность) лаборатории, мг/дм ³	$ E_n $	Вывод по E_n
9	15	14	0,618	0,030	0,62	0,19	0,010	Удовлетворительно
10	15	15	0,618	0,030	0,61	0,19	0,042	Удовлетворительно
11	15	16	0,618	0,030	0,61	0,19	0,042	Удовлетворительно

Таблица 2 – Анализ результатов измерений в диапазоне от 1,0 до 1500 мг/дм³ (сточные воды) по статистическому критерию

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, мг/дм ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, мг/дм ³	Результат измерения лаборатории, мг/дм ³	Погрешность (неопределенность) лаборатории, мг/дм ³	$ E_n $	Вывод по E_n
1	1	10	618	27	630	140	0,084	Удовлетворительно
2	2	11	618	27	653	45	0,67	Удовлетворительно
3	3	22	618	27	633	60	0,23	Удовлетворительно
4	4	20	618	27	650	70	0,43	Удовлетворительно
5	5	3	618	27	631	139	0,092	Удовлетворительно
6	6	23	618	27	650	200	0,16	Удовлетворительно
7	6	23	618	27	650	120	0,26	Удовлетворительно
8	6	25	618	27	650	140	0,22	Удовлетворительно
9	7	12	618	27	592	110	0,23	Удовлетворительно
10	7	13	618	27	590	110	0,25	Удовлетворительно
11	7	12	618	27	601	132	0,13	Удовлетворительно
12	7	13	618	27	602	132	0,12	Удовлетворительно
13	9	6	618	27	600	170	0,10	Удовлетворительно
14	13	21	618	27	638	140	0,14	Удовлетворительно
15	14	14	618	27	600	110	0,16	Удовлетворительно
16	14	15	618	27	600	110	0,16	Удовлетворительно
17	14	16	618	27	580	110	0,34	Удовлетворительно
18	15	14	618	27	610	110	0,071	Удовлетворительно
19	15	15	618	27	600	110	0,16	Удовлетворительно
20	15	16	618	27	600	110	0,16	Удовлетворительно

По статистическому критерию получены только удовлетворительные результаты.

Таблица 3 – Анализ результатов измерений в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/дм³ (природные воды) по Z-индексу

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, мг/дм ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, мг/дм ³	Результат измерения лаборатории, мг/дм ³	Погрешность (неопределенность) лаборатории, мг/дм ³	Z	Вывод по Z
1	6	24	0,618	0,030	0,62	0,13	0,031	Удовлетворительно
2	6	24	0,618	0,030	0,61	0,12	0,13	Удовлетворительно
3	8	4	0,618	0,030	0,53	0,20	0,88	Удовлетворительно
4	8	4	0,618	0,030	0,54	0,18	0,87	Удовлетворительно
5	8	3	0,618	0,030	0,49	0,20	1,28	Удовлетворительно
6	10	5	0,618	0,030	0,58	0,14	0,54	Удовлетворительно
7	11	1	0,618	0,030	0,62	0,14	0,029	Удовлетворительно
8	12	17	0,618	0,030	0,50	0,13	1,82	Удовлетворительно
9	15	14	0,618	0,030	0,62	0,19	0,010	Удовлетворительно
10	15	15	0,618	0,030	0,61	0,19	0,042	Удовлетворительно
11	15	16	0,618	0,030	0,61	0,19	0,0416	Удовлетворительно

Таблица 4 – Анализ результатов измерений в диапазоне от 1,0 до 1500 мг/дм³ (сточные воды) по Z-индексу

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, мг/дм ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, мг/дм ³	Результат измерения лаборатории, мг/дм ³	Погрешность (неопределенность) лаборатории, мг/дм ³	Z	Вывод по Z
1	1	10	618	27	630	140	0,17	Удовлетворительно
2	2	11	618	27	653	45	1,56	Удовлетворительно
3	3	22	618	27	633	60	0,50	Удовлетворительно
4	4	20	618	27	650	70	0,91	Удовлетворительно
5	5	3	618	27	631	139	0,19	Удовлетворительно
6	6	23	618	27	650	200	0,32	Удовлетворительно
7	6	23	618	27	650	120	0,53	Удовлетворительно

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, мг/дм ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, мг/дм ³	Результат измерения лаборатории, мг/дм ³	Погрешность (неопределенность) лаборатории, мг/дм ³	Z	Вывод по Z
8	6	25	618	27	650	140	0,46	Удовлетворительно
9	7	12	618	27	592	110	0,47	Удовлетворительно
10	7	13	618	27	590	110	0,51	Удовлетворительно
11	7	12	618	27	601	132	0,26	Удовлетворительно
12	7	13	618	27	602	132	0,24	Удовлетворительно
13	9	6	618	27	600	170	0,21	Удовлетворительно
14	13	21	618	27	638	140	0,29	Удовлетворительно
15	14	14	618	27	600	110	0,33	Удовлетворительно
16	14	15	618	27	600	110	0,33	Удовлетворительно
17	14	16	618	27	580	110	0,69	Удовлетворительно
18	15	14	618	27	610	110	0,15	Удовлетворительно
19	15	15	618	27	600	110	0,33	Удовлетворительно
20	15	16	618	27	600	110	0,33	Удовлетворительно

Результаты анализа Z-индексов коррелируют с результатами статистического критерия.

На рисунках 1-2 представлены диаграммы, являющиеся графическим отображением оценки результата лабораторий по статистическому критерию.

На диаграммах каждый результат представлен с указанием границ погрешности (неопределенности) измерения, указанной лабораторией.

Центральной линией на диаграммах обозначено приписанное значение ОПК, интервал, ограниченный красными линиями, – границы расширенной неопределенности приписанного значения ОПК.

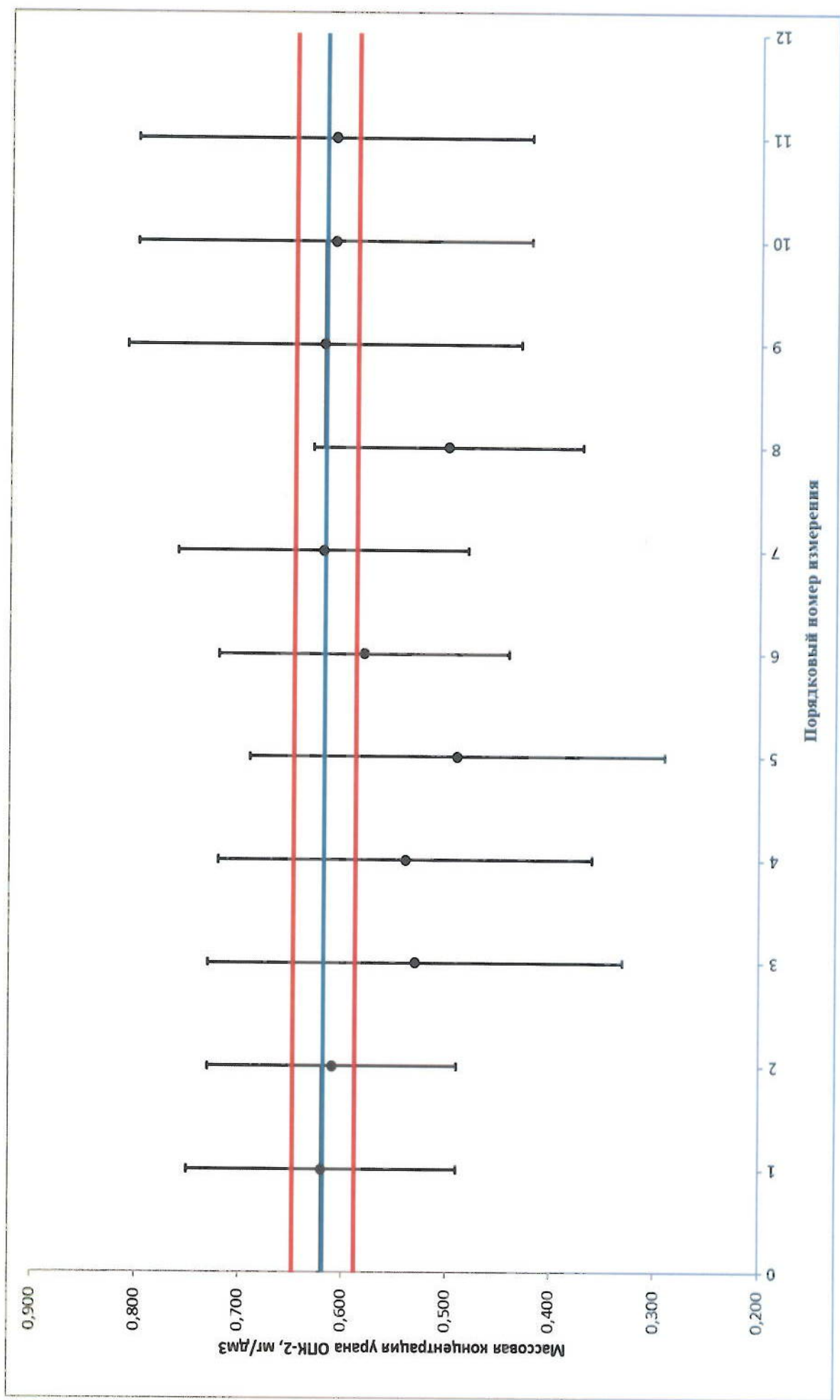


Рисунок 1 – Результаты измерений массовой концентрации урана в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/дм³

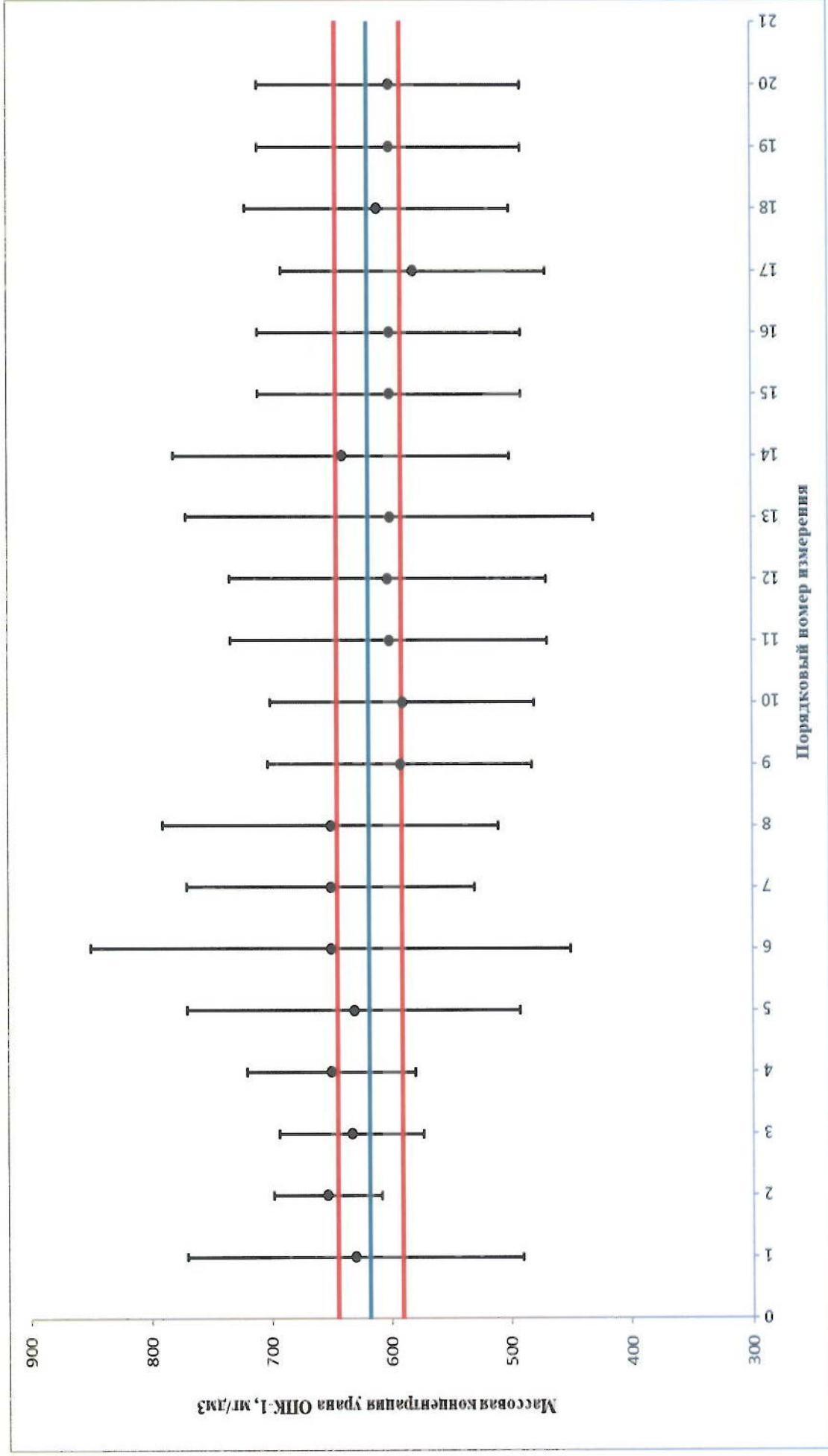


Рисунок 2 – Результаты измерений массовой концентрации урана в диапазоне от 1,0 до 1500 мг/дм³

5 Выводы и рекомендации

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний получены только удовлетворительные результаты. Рекомендаций по повышению качества измерений нет.

6 Контактные сведения о Провайдере МСИ

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

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 4;

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 19;

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 12;

123098, РОССИЯ, Город Москва, улица Рогова, дом 5А строение 14.

Руководитель Провайдера МСИ: заместитель генерального директора по техническому регулированию, качеству и метрологии – директор научно-исследовательского метрологического отделения АО «ВНИИНМ» Стелюк Александр Юрьевич, (499)190-89-99 доб. 71-86, AYStelyuk@bochvar.ru. Функции: утверждение документации по программе проверки квалификации.

Координатор Программы – старший научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИНМ» Лебенкова Екатерина Евгеньевна; (499)190-89-99 доб. 80-76, EELebenkova@bochvar.ru. Функции: составление программы проверки квалификации, разработка, изготовление, шифрование и рассылка образцов для проверки квалификации, расчет приписанных значений, написание заданий на измерение, расчет характеристик функционирования, оформление заключений и свидетельств по результатам участия, составление отчета по программе, взаимодействие с участниками программы.

7 Конфиденциальность

Деятельность Провайдера основана на принципах конфиденциальности. Приписанные значения ОПК, результаты испытаний, идентификационный номер ОПК являются строго конфиденциальной информацией, известной только ограниченному кругу лиц-сотрудников Провайдера МСИ. Наименование отдельной лаборатории и результаты ее участия не разглашаются. Без согласования участников результаты участия лабораторий не разглашаются.


Заключение

Всем участникам выданы свидетельства и заключения по результатам участия в программе.

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

 И.М. Максимова
11.12.2025

Координатор программы,
старший научный сотрудник
лаборатории метрологического обеспечения
аналитического контроля, к.э.н.

 Е.Е. Лебенкова
11.12.2025

Конец отчета