

**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»)**



Руководитель Провайдера МСИ
А.Ю. Стелюк
2024 г.

ОТЧЕТ №532/1110-2024

**О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
ИЗОТОПНОГО СОСТАВА УРАНА (УРАН-235)**

П.МСИ.ИСКОУ-532/053-2023

(ОКОНЧАТЕЛЬНЫЙ)

Москва 2024

Содержание

Введение	3
1 Определяемые параметры (показатели).....	3
2 Образцы для проверки квалификации.....	3
3 Методы (методики) измерений	4
4 Анализ результатов измерений	5
5 Выводы	12
6 Контактные сведения о Провайдере МСИ.....	12
7 Конфиденциальность	12
Заключение.....	12

Введение

Проведены межлабораторные сличительные испытания (МСИ) по контролю качества измерений изотопного состава урана (уран-235) в ядерных материалах в рамках разработанной программы МСИ П.МСИ.ИСКОУ-532/053-2023.

Для участия в МСИ лаборатория в своем распоряжении должна была иметь комплект ОСО 95 651-2021П - ОСО 95 655-2021П.

Измерения проводились в присутствии представителя Провайдера МСИ.

Всего в МСИ приняли участие 2 измерительные (испытательные) лаборатории (ИЛ).

1 Определяемые параметры (показатели)

Определяемые показатели: массовая доля изотопа уран-235 к урану.

Образец для проверки квалификации (ОПК): комплект стандартных образцов изотопного состава урана.

Диапазон измерений: от 0,70 % до 90,0 %.

2 Образцы для проверки квалификации

Образец для проверки квалификации (ОПК): комплект стандартных образцов оксида урана (ОСО 95 651-2021П – ОСО 95 655-2021П).

Приписанные значения и расширенные неопределенности приписанных значений при коэффициенте охвата $k=2$ принимаются равными аттестованным значениям и доверительным границам их погрешности при $P=0,95$.

Приписанные значения определены в процессе разработки и аттестации СО (Научно-технический отчет о разработке и аттестации стандартных

образцов изотопного состава урана № 532/1090-2024) и представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Приписанные значения ОПК

Шифр ОПК	Приписанное значение, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения, у.м.д., %
СО №1 (ОСО 95 651-2021П)	0,7282	0,0012
СО №2 (ОСО 95 652-2021П)	3,5348	0,0050
СО №3 (ОСО 95 653-2021П)	21,0022	0,0193
СО №4 (ОСО 95 654-2021П)	35,9175	0,0146
СО №5 (ОСО 95 655-2021П)	89,9381	0,0276

Возможная межэкземплярная неоднородность ОПК учтена в процессе аттестации в составе расширенной неопределенности приписанного значения ОПК. Внутриэкземплярная неоднородность не учитывается, так как ОПК является неразборным и измеряется всегда целиком.

Прослеживаемость приписанных значений ОПК к единице величины массы, воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы массы ГЭТ 3-2020, обеспечена применением аттестованных методик измерений и средств измерений, поверяемых в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 № 1622.

3 Методы (методики) измерений

Участники МСИ могли использовать любые методы (методики) измерений. В состав использованных методик измерений вошли:

- «Уран и его соединения. Методика измерения массовой доли изотопа U-235 в уране с использованием гамма-спектрометра высокого разрешения и программы MGAU» №029/123-2020;

- «Уран и его соединения. Гамма-спектрометрическая методика измерения массовой доли урана-235 в уране с использованием программы MGAU» МВИ 1/393-2017.

4 Анализ результатов измерений

Обработка полученных результатов измерений 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 ОПК;

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 ОПК, 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.

Вторым критерием оценки качества результатов измерений, проведенных лабораторией, на основе единичных результатов измерений является Z-индекс. На основе результатов измерений вычисляется значение Z-индекса для каждого полученного от лаборатории результата измерений по формуле

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

где X – результат измерений;

A – приписанное значение ОПК 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.

Результаты расчетов статистического критерия и Z-индекса для результатов измерений представлены в таблицах 2-11.

Таблица 2 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №1 (ОСО 95 651-2021П) по статистическому критерию

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	$ E_n $	Вывод по $ E_n $
1	0,7282	0,0012	0,708	0,034	0,59	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,72	0,15	0,055	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,77	0,16	0,26	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,70	0,15	0,19	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,72	0,15	0,05	удовлетворительно

Таблица 3 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №2 (ОСО 95 652-2021П) по статистическому критерию

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	$ E_n $	Вывод по $ E_n $
1	3,5348	0,0050	3,498	0,062	0,59	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,4	0,7	0,19	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,7	0,8	0,21	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,6	0,8	0,081	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,5	0,8	0,043	удовлетворительно

Таблица 4 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №3 (ОСО 95 653-2021П) по статистическому критерию

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	$ E_n $	Вывод по $ E_n $
1	21,0022	0,0193	20,81	0,39	0,49	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	20,5	0,6	0,84	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	21,4	0,7	0,57	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	21,1	0,7	0,14	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	20,6	0,6	0,67	удовлетворительно

Таблица 5 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №4 (ОСО 95 654-2021П) по статистическому критерию

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	$ E_n $	Вывод по $ E_n $
1	35,9175	0,0146	35,71	0,60	0,35	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	35,7	0,9	0,24	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	36,2	0,9	0,31	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	35,6	0,9	0,35	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	35,4	0,9	0,57	удовлетворительно

Таблица 6 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №5 (ОСО 95 655-2021П) по статистическому критерию

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	$ E_n $	Вывод по $ E_n $
1	89,9381	0,0276	88,89	2,25	0,47	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	88,5	3,3	0,44	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	91,2	3,4	0,37	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	89,4	3,3	0,16	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	87,7	3,2	0,70	удовлетворительно

По статистическому критерию все полученные результаты удовлетворительны.

Таблица 7 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №1 (ОСО 95 651-2021П) по Z-индексу

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	$ Z $	Вывод по $ Z $
1	0,7282	0,0012	0,708	0,034	1,19	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,72	0,15	0,11	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,77	0,16	0,52	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,70	0,15	0,38	удовлетворительно
2	0,7282	0,0012	0,72	0,15	0,11	удовлетворительно

Таблица 8 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №2 (ОСО 95 652-2021П) по Z-индексу

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод по Z
1	3,5348	0,0050	3,498	0,062	1,19	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,4	0,7	0,39	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,7	0,8	0,41	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,6	0,8	0,16	удовлетворительно
2	3,5348	0,0050	3,5	0,8	0,09	удовлетворительно

Таблица 9 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №3 (ОСО 95 653-2021П) по Z-индексу

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод по Z
1	21,0022	0,0193	20,81	0,39	0,99	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	20,5	0,6	1,67	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	21,4	0,7	1,14	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	21,1	0,7	0,28	удовлетворительно
2	21,0022	0,0193	20,6	0,6	1,34	удовлетворительно

Таблица 10 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №4 (ОСО 95 654-2021П) по Z-индексу

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод по Z
1	35,9175	0,0146	35,71	0,60	0,69	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	35,7	0,9	0,48	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	36,2	0,9	0,63	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	35,6	0,9	0,71	удовлетворительно
2	35,9175	0,0146	35,4	0,9	1,15	удовлетворительно

Таблица 11 – Анализ результатов измерений ОПК с шифром СО №5 (ОСО 95 655-2021П) по Z-индексу

Шифр участника	Приписанное значение ОПК, у.м.д., %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, у.м.д., %	Результат измерения лаборатории, у.м.д., %	Погрешность (неопределенность) результата лаборатории, у.м.д., %	Z	Вывод по Z
1	89,9381	0,0276	88,89	2,25	0,93	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	88,5	3,3	0,87	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	91,2	3,4	0,74	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	89,4	3,3	0,33	удовлетворительно
2	89,9381	0,0276	87,7	3,2	1,40	удовлетворительно

Значения Z-индекса коррелируют со статистическим критерием.

5 Выводы

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний все участники получили удовлетворительные результаты. Рекомендаций нет.

6 Контактные сведения о Провайдере МСИ

АО «ВНИИНМ», 123060, Москва, а/я 369, тел./факс: 8 (499) 190-23-25.

Руководитель Провайдера МСИ – директор научно-исследовательского метрологического отделения АО «ВНИИНМ» Стелюк Александр Юрьевич.

Координатор программы – начальник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИНМ» Максимова Ирина Михайловна, +7(499) 190-89-99 доб. 83-74.

7 Конфиденциальность

Конфиденциальность обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2024, разработанным Провайдером МСИ. Идентичность участников МСИ является строго конфиденциальной информацией и известна только ограниченному числу лиц, принимавших участие в организации МСИ.

Заключение


По результатам МСИ всем участникам выданы свидетельства с приложением заключений, содержащих анализ результатов измерений.

Координатор программы МСИ,
начальник лаборатории метрологического
обеспечения аналитического контроля, к.х.н.


23.12.24

И.М. Максимова

Ответственный исполнитель,
старший научный сотрудник
лаборатории метрологического обеспечения
аналитического контроля, к.э.н.


23.12.24

Е.Е. Лебенкова

Конец отчета