

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

2023 г.



ОТЧЕТ №532/964-2023

**О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ УРАНА В АЗОТНОКИСЛЫХ
РАСТВОРАХ**

П.МСИ.МКУ-532/021-2023

(ОКОНЧАТЕЛЬНЫЙ)

Москва 2023

Содержание

Введение	3
1 Определяемые параметры (показатели).....	3
2 Образцы для проверки квалификации.....	3
3 Методы (методики) измерений	5
4 Анализ результатов измерений	5
5 Выводы	9
6 Контактные сведения о Провайдере МСИ.....	10
7 Конфиденциальность	10

Введение

Проведены межлабораторные сличительные испытания (МСИ) по контролю качества измерений массовой концентрации урана в азотнокислых растворах.

МСИ проведены в соответствии с планом проведения МСИ Провайдера на 2023 год.

Принять участие в данных МСИ могли любые лаборатории, компетентные в измерениях массовой доли урана в азотнокислых средах.

1 Определяемые параметры (показатели)

Объект измерения: водные среды (азотнокислый раствор).

Определяемый параметр: уран (массовая концентрация урана).

Образец для проверки квалификации (ОПК): азотнокислый раствор урана.

Диапазоны измерений: от 10,0 до 1000,0 мг/дм³.

2 Образцы для проверки квалификации

ОПК изготовлен в соответствии с техническим заданием ТЗ 505/532-65-2023.

В качестве исходного материала для изготовления ОПК использован азотнокислый раствор урана с массовой концентрацией урана (1000±7) мг/дм³ (Научно-технический отчет о разработке №505/532.913-2022).

Пипеткой вместимостью (10,05±0,08) см³ (протокол калибровки №532/951-2023) отобрали в колбу вместимостью (199,79±0,11) см³ (протокол

калибровки №532/951-2023) 30 см^3 ранее приготовленного азотнокислого раствора урана с аттестованным значением $(1000 \pm 7) \text{ мг/дм}^3$. Пипетку промыли тремя порциями $0,1 \text{ М}$ раствора азотной кислоты, перенося промывные воды в мерную колбу. Далее раствор в колбе довели до метки $0,1 \text{ М}$ раствором азотной кислоты, плотно закрыли крышкой и перемешали. Полученный материал ОПК разлили пипеткой вместимостью 20 см^3 в ампулы объемом 20 см^3 .

Материал ОПК был расфасован в запайные стеклянные ампулы. Каждая ампула была снабжена этикеткой, на которой указывается наименование Программы МСИ, шифр ОПК, объем ОПК.

Приписанное значение ОПК и его расширенная неопределенность составили $(151,0 \pm 2,2) \text{ мг/дм}^3$ (Протокол определения приписанного значения № 532/952-2023).

Прослеживаемость приписанного значения обеспечивалась применением государственного стандартного образца утвержденного типа (ГСО 8363-2003), калиброванных мер вместимости и своевременно поверенным измерительным оборудованием. Передача размера осуществлена от первичного эталона единицы массы ГЭТ 3-2020 в соответствии с «Государственной поверочной схемой для средств измерения массы», утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2818.

Однородность ОПК обеспечена процедурой приготовления из одного раствора.

Стабильность метрологических характеристик ОПК была обеспечена стабильностью используемого раствора в течение проведения Программы МСИ.

3 Методы (методики) измерений

При проведении Программы МСИ участники не были ограничены в выборе метода (методики) измерения.

В перечень использованных методик измерений вошли:

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

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

- ОИ 001.913-2020 «Технологические растворы. Методика измерений массовой концентрации урана методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой».

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 каждого результата измерений рассчитывалась величина статистического критерия (E_n) по формуле

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

где X_i – i -ый результат измерения;

x – приписанное значение ОПК;

U_x – заявленное 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 $|(E_n)_i| \leq 1$, i -тый результат лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных погрешностей (неопределенности).

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

Результаты расчета E_n при определении массовой концентрации урана в азотнокислых растворах представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Анализ результатов измерения массовой концентрации урана в азотнокислых растворах по E_n -критерию

№ п/п	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	№ 01	151,0	2,2	124	30	0,87	Удовлетворительно
2	№ 02	151,0	2,2	120	29	1,03	Неудовлетворительно
3	№ 03	151,0	2,2	124	30	0,87	Удовлетворительно
4	№ 04	151,0	2,2	149	10	0,20	Удовлетворительно
5	№ 05	151,0	2,2	149	10	0,20	Удовлетворительно
6	№ 06	151,0	2,2	130	10	2,05	Неудовлетворительно

По результатам анализа статистического критерия получено 4 удовлетворительных результата измерений из 6.

На рисунке 1 представлена диаграмма, 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.

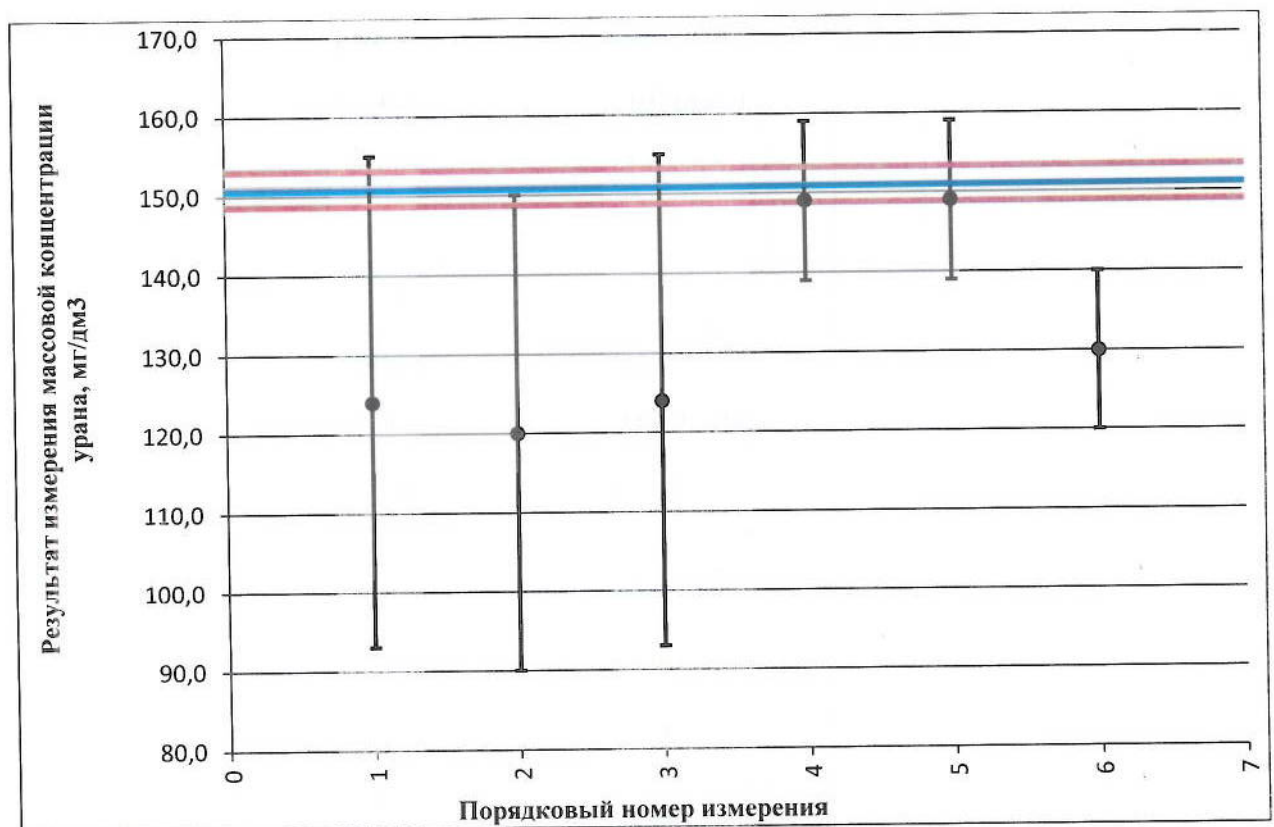


Рисунок 1- Результаты измерений массовой концентрации урана в азотнокислых растворах

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 (2):

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

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 расчета Z-индекса для результатов измерений массовой концентрации урана в азотнокислых растворах представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Анализ результатов измерения массовой концентрации урана в азотнокислых растворах по Z-индексу

№ п/п	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	№ 01	151,0	2,2	124	30	1,74	Удовлетворительно
2	№ 02	151,0	2,2	120	29	2,07	Сомнительно
3	№ 03	151,0	2,2	124	30	1,74	Удовлетворительно
4	№ 04	151,0	2,2	149	10	0,40	Удовлетворительно
5	№ 05	151,0	2,2	149	10	0,40	Удовлетворительно
6	№ 06	151,0	2,2	130	10	4,20	Неудовлетворительно

Результаты анализа Z-индекса в целом коррелируют с результатами анализа по статистическому критерию, однако результат измерений ОПК №02, неудовлетворительный по статистическому критерию, является сомнительным по Z-индексу.

5 Выводы

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний по контролю качества измерений массовой концентраций урана в азотнокислых растворах получено 4 из 6 удовлетворительных результатов. Каждый из двух участников МСИ предоставил 2 удовлетворительных результата и один неудовлетворительный.

6 Контактные сведения о Провайдере МСИ

Провайдер МСИ (АО «ВНИИНМ»), аккредитованный в национальной системе аккредитации (уникальный номер записи в реестре аккредитованных лиц №РА.РУ.430166).

123060, Москва, а/я 369, 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.

7 Конфиденциальность

Конфиденциальность обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, разработанным Провайдером МСИ. Идентичность участников МСИ является строго конфиденциальной информацией и известна только ограниченному числу лиц, принимавших участие в организации МСИ.

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



И.М. Максимова

Ответственный исполнитель,
ведущий инженер-технолог
лаборатории метрологического обеспечения
аналитического контроля



Е.Е. Лебенкова

Конец отчета