

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

« 28 » ноября 2025 г.

ОТЧЕТ №532/1159-2025

О ПРОВЕДЕНИИ ПРОГРАММЫ ПРОВЕРКИ КВАЛИФИКАЦИИ
ПОСРЕДСТВОМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ ПОЛНОЙ
СТАТИЧЕСКОЙ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ МАТЕРИАЛОВ
ИОНООБМЕННЫХ ФИЛЬТРУЮЩИХ (АНИОНИТОВ)

П.МСИ.ИОСА-532/019-2025

(ОКОНЧАТЕЛЬНЫЙ)

Москва 2025

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	8
6 Контактные сведения о Провайдере МСИ	8
7 Конфиденциальность	8
Заключение	9

Введение

Проведены межлабораторные сличительные испытания (МСИ) по контролю качества измерений полной статической обменной емкости материалов ионообменных фильтрующих (анионитов) в рамках разработанной Провайдером программы П.МСИ.ИОСА-532/019-2025.

Всего в МСИ приняли участие 4 измерительные (испытательные) лаборатории (ИЛ).

Программа выполнена в полном объеме и в установленные сроки.

Работы на субподрядной основе по программе не выполнялись.

1 Определяемые параметры (показатели)

Определяемые показатели: полная статическая обменная емкость.

Образец для проверки квалификации (ОПК): материал ионообменный фильтрующий (анионит).

Диапазон измерений: от 0,8 до 2,6 ммоль/см³.

2 Образцы для проверки квалификации

В качестве ОПК при проведении МСИ использовались реальные пробы материалов фильтрующих ионообменных такого количества, которое необходимо для осуществления измерений конкретной лабораторией.

Требования к материалу и ОПК регламентировались ГОСТ 20301-2022 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия.

Приписанное значение ОПК устанавливалось методом межлабораторной аттестации по ОСТ 95 10596-2005 Отраслевой стандарт. Учет и контроль ядерных материалов. Межлабораторная аттестация стандартных образцов при малом количестве лабораторий.

Приписанное значение ОПК и его расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k=2$ соответствуют установленному по ОСТ 95 10596-2005 значению и погрешности установленного значения при доверительной вероятности $P=0,95$.

Прослеживаемость приписанного значения ОПК к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2023 обеспечивается согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 07.08.2023 № 1569, применением поверенных средств измерений.

Материал ОПК был расфасован в полипропиленовые банки с герметично закрывающимися крышками. Каждая банка была снабжена этикеткой, на которой указывается наименование Программы МСИ, шифр ОПК, масса ОПК, дата изготовления.

Потребительская и транспортная тара обеспечивали условия, при которых сохраняется целостность упаковки и неизменность метрологических характеристик материала ОПК.

Провайдер гарантировал соблюдение однородности с учетом накопленного опыта использованием для изготовления ОПК одной партии ионообменной смолы, а также перемешиванием всего объема смолы перед изготовлением ОПК на смесителе сыпучих материалов TURBULA. Стабильность ОПК обеспечена неизменностью характеристик смолы в период действия программы. Также согласно заданию на измерения перед проведением измерений участники должны привести анионит в OH^- рабочую форму.

3 Методы (методики) измерений

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

- СТО 1.1.1.07.003.0368-2017 с изменением № 1 «Входной и эксплуатационный контроль ионитов на атомных электростанциях. Методики измерений», раздел 13;

- ГОСТ 20255.1-89 Иониты. Методы определения обменной емкости.

4 Анализ результатов измерений

Критерии функционирования и использованные методы статистического анализа регламентируются ГОСТ Р 50779.60-2017.

Для каждой лаборатории была рассчитана 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, является 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 устанавливается 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).

Если расширенная неопределенность приписанного значения превышает значения равного $0,3\sigma_{pt}$, то вместо Z – индекса рассчитывается Z' – индекс (п. 9.5 ГОСТ Р 50779.60-2017), рассчитываемый по формуле

$$Z' = \frac{x - X_i}{\sqrt{U_x^2 + \sigma_{pt}^2}} \quad (3)$$

Заключение о качестве результатов измерений контролируемого объекта по каждому определяемому показателю делают на основе сравнения значения $|Z|$ или $|Z'|$ с установленными нормативами контроля:

– при $|Z| \leq 2$ качество результатов измерений признают удовлетворительным (сигнал отсутствует);

– при $2 < |Z| \leq 3$ качество результатов измерений признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке (сигнал предупреждения);

– при $|Z| > 3$ качество результатов измерений признают неудовлетворительным (сигнал действия).

Коэффициенты округляются 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 или Z' – сомнительным. В противном случае – качество измерений в лаборатории признается неудовлетворительным.

Результаты расчетов статистического критерия и Z' -индекса представлены в таблицах 1-2.

Таблица 1 – Анализ результатов измерений по статистическому критерию

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, ммоль/см ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, ммоль/см ³	Результат лаборатории, ммоль/см ³	Неопределенность (погрешность) результата лаборатории, ммоль/см ³	$ E_n $	Вывод по $ E_n $
1	1	3	1,07	0,05	1,06	0,09	0,10	Удовлетворительно
2	2	2	1,07	0,05	1,07	0,09	0,00	Удовлетворительно
3	3	2	1,07	0,05	1,09	0,09	0,19	Удовлетворительно
4	4	1	1,07	0,05	1,05	0,10	0,18	Удовлетворительно

По статистическому критерию все полученные результаты удовлетворительны.

Таблица 2 – Анализ результатов измерений по Z' -индексу

№ п/п	Шифр лаборатории	Шифр образца	Приписанное значение ОПК, ммоль/см ³	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, ммоль/см ³	Результат лаборатории, ммоль/см ³	Неопределенность (погрешность) результата лаборатории, ммоль/см ³	$ Z' - \text{индекс} $	Вывод по $ Z' $
1	1	3	1,07	0,05	1,06	0,09	0,22	Удовлетворительно
2	2	2	1,07	0,05	1,07	0,09	0,00	Удовлетворительно
3	3	2	1,07	0,05	1,09	0,09	0,44	Удовлетворительно
4	4	1	1,07	0,05	1,05	0,10	0,40	Удовлетворительно

Значения Z' -индекса коррелируют со статистическим критерием.

Графическое представление анализа результатов участников не приводится ввиду малого их количества.

5 Выводы

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

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

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



И.М. Максимова

28.11.2025

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



Е.Е. Лебенкова

28.11.2025

Конец отчета