

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

01 2022 г.



ОТЧЕТ 532/866-2022

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ ПОЛНОЙ
СТАТИЧЕСКОЙ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ ИОНООБМЕННЫХ
ФИЛЬТРУЮЩИХ МАТЕРИАЛОВ (АНИОНИТОВ) ПО ПРОГРАММЕ
П.МСИ.ИОСА-532/019-2020»

МОСКВА 2022

Содержание

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1 Образцы для контроля.....	3
2 Анализ методов (методик) измерений и испытаний.....	3
3 Анализ результатов исследований.....	4
4 Выводы.....	7
5 Заключение	7
6 Контактные сведения о провайдере МСИ.....	8
7 Конфиденциальность.....	8

ВВЕДЕНИЕ

Целью межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась оценка качества измерений полной статической обменной емкости ионообменных фильтрующих материалов (анионитов).

Проведение МСИ осуществлялось на договорной основе с организациями-участницами.

1 Образцы для контроля

В качестве ОК при проведении МСИ используется Анионит Токем-805 «ПО «Токем» ТУ 2227-037-72285630-2014.

Исследуемой характеристикой являлась:

- полная статическая обменная емкость.

Однородность материала ОК обеспечена процедурой пробоподготовки и использованием материала из одной произведенной партии.

Стабильность материала ОК обеспечивается краткими сроками проведения измерений по Программе по сравнению с гарантийным сроком хранения.

Прослеживаемость приписанного значения и его неопределенности к эталонам массовой (молярной) доли и мерам объема обеспечивается применением, калиброванных мер вместимости. Передача размера осуществляется от первичного эталона массовой (молярной) доли ГЭТ 196-2015 в соответствии с поверочной схемой ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и первичного эталона единиц объема ГЭТ 63-2019 в соответствии с «Государственной поверочной схемой для средств измерения массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости» утвержденной Приказом

2 Анализ методов (методик) измерений и испытаний

Для определения полной обменной емкости ионообменных смол (катионитов и анионитов) лабораториям было предложено воспользоваться ГОСТ 20255.1-89 «Иониты. Метод определения статической обменной емкости». А так же лаборатории были в праве использовать любые другие аттестованные методики, позволяющие осуществить данный вид измерений.

3 Анализ результатов исследований

Каждая организация-участник получила комплект ОК и задание на измерение.

Анализ результатов участников проводился по Z-индексу и по статистическому критерию, с учетом неопределенности, заявленной лабораторией.

3.1 Оценка характеристик функционирования по Z -индексу

Расчет z-индекса для оценки качества результата измерений проводился по формуле (РМГ 103-2010):

$$Z = \frac{X_i - C}{\sigma(\Delta_d)}, \quad (1)$$

где X_i - результат измерения ОК лабораторией;

C – приписанное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$ – среднее квадратическое отклонение допускаемой погрешности, установленной для методики измерений определяемое по формуле $\sigma(\Delta_d) = \Delta_d/2$, где Δ_d – допускаемая погрешность – значение характеристики погрешности, установленное для методики испытаний;

Результаты расчета Z-индексов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Оценка результатов МСИ по Z-индексу

Шифр участника	Приписанное значение полной статической обменной емкости анионита, ммоль/см ³	Абсолютное значение неопределенности приписанного значения Δ, ммоль/см ³	Результат измерения участника, ммоль/см ³	Неопределенность* результата измерения участника, ммоль/см ³	Z-индекс	Результат
1	1,100	0,044	1,09	0,09	0,22	Удовлетворительно
2	1,100	0,044	1,07	0,09	0,65	Удовлетворительно
3	1,100	0,044	1,04	0,08	1,47	Удовлетворительно
4	1,100	0,044	1,17	0,09	1,52	Удовлетворительно
5	1,100	0,044	1,15	0,09	1,10	Удовлетворительно
* - Расширенная неопределенность результата измерения лаборатории при коэффициенте охвата k=2 соответствует абсолютному значению доверительных границ суммарной погрешности при P = 0,95						

Заключение о качестве результатов измерений сделаны 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.

3.2 Оценка функционирования по статистическому критерию

Анализ результатов участников проводился по статистическому критерию.

Для каждой лаборатории рассчитывается величина (E_n) (ГОСТ Р 50779.60-2017):

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

где X_i - результат измерения ОК лабораторией;

x – приписанное значение ОК;

U_x – расширенная неопределенность результатов участника, которая соответствует общей погрешности результата при доверительной вероятности $P = 0,95$;

U_x – расширенная неопределенность приписанного значения, которая соответствует общей погрешности результата при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Если соблюдается неравенство $-1 < (E_n)_i \leq 1$, результат i -той лаборатории считается удовлетворительным в границах заявленных неопределенностей.

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

На диаграмме (рис.1) каждый результат представлен с указанием границ неопределенности измерений, заявленных лабораторией.

Центральной линией на диаграмме обозначено приписанное значение ОК, интервал, ограниченный красными линиями – границы неопределенности установленного приписанного значения.

Результаты измерений, неопределенности которых имеют пересечения с границей неопределенности приписанного значения ОК и удовлетворяющие критерию E_i могут считаться удовлетворительными в границах заявленных неопределенностей.

Результаты по данной статистической модели для каждой лаборатории приведены на диаграмме (рис. 1) и в таблице 2.

Таблица 2 – Оценка результатов МСИ по Е-индексу

Шифр участника	Приписанное значение полной статической обменной емкости анионита, ммоль/см ³	Расширенная неопределенность приписанного значения Δ , ммоль/см ³	Результат измерения участника, ммоль/см ³	Расширенная неопределенность* результата измерения участника, ммоль/см ³	Е-индекс	Результат
1	1,100	0,044	1,09	0,09	0,10	Удовлетворительно
2	1,100	0,044	1,07	0,09	0,30	Удовлетворительно
3	1,100	0,044	1,04	0,08	0,66	Удовлетворительно
4	1,100	0,044	1,17	0,09	0,70	Удовлетворительно
5	1,100	0,044	1,15	0,09	0,50	Удовлетворительно

* - Расширенная неопределенность результата измерения лаборатории при коэффициенте охвата $k=2$ соответствует абсолютному значению доверительных границ суммарной погрешности при $P = 0,95$

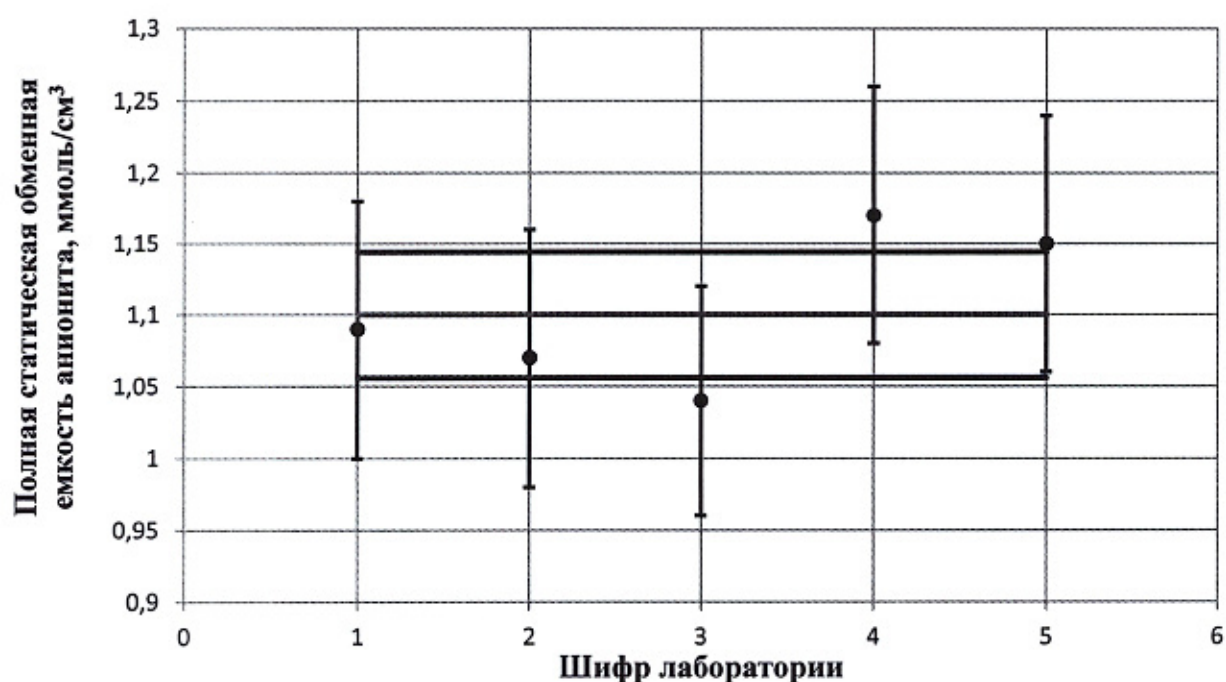


Рис. 1 Результаты МСИ при приписанном значении ОК и значение расширенной неопределенности приписанного значения ($1,100 \pm 0,044$) ммоль/см³

4 Выводы

Результаты МСИ показали, что все участники получили удовлетворительные результаты.

Анализируя итоги МСИ, можно отметить, что этот вид аналитического контроля неплохо оснащен аппаратурно и методически.

5 Заключение

По результатам проведенных МСИ, всем участникам были выданы свидетельства об участии. Все свидетельства в качестве приложения содержат заключение с результатами измерений (испытаний) с указанием критериев их оценки.

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) провел межлабораторные сличительные испытания (МСИ)» в соответствии с Программой П.МСИ.ИОСА-532/019-2020.

7 Конфиденциальность

Конфиденциальность обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, разработанным провайдером МСИ АО «ВНИИНМ». На основании РК полная информация о результатах проведенной программы проверки квалификации предоставляется только заказчику, идентичность участников МСИ является конфиденциальной информацией и известна только заказчику программы проверки квалификации, директору отделения, начальнику СП, проводящего МСИ, и координатору МСИ.

Начальник лаборатории , к.х.н.



И.М. Максимова

Ст. научный сотрудник, к.т.н.



К.Н. Елистратова

Конец отчета