



ВНИИНМ
РОСАТОМ

Акционерное общество
«Высокотехнологический научно-
исследовательский институт неорганических
материалов имени академика А.А. Бочвара»
(АО «ВНИИНМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор научно-исследовательского
метрологического отделения
АО «ВНИИНМ»

В.Б. Горшков

« 30 » 04 2022 г.



ОТЧЕТ №532/880-2022

О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЙ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ВОДНЫХ СРЕД ПО
ПОКАЗАТЕЛЮ УДЕЛЬНАЯ АКТИВНОСТЬ БЕТА-ИЗЛУЧАЮЩИХ
РАДИОНУКЛИДОВ (ТРИТИЯ)
ПО ПРОГРАММЕ П.МСИ.Тр-532/024-2020

Часть 2

МОСКВА 2022

Содержание

Введение.....	3
1. Изготовление, определение приписанного значения, а также значения расширенной неопределенности приписанного значения образцов для контроля (ОК).....	3
1.1 Определение приписанного значения ОК методом межлабораторной аттестации и погрешности аттестации	4
2. Анализ методов (методик) измерений и испытаний.....	10
3. Анализ результатов МСИ	11
3.1 Оценка результатов исследования по статистическому критерию	11
3.2 Оценка результатов исследования по Z-индексу	16
4. Выводы и рекомендации.....	19
5. Контактные сведения о провайдере МСИ.....	19
6. Конфиденциальность.....	19
Заключение	20

Введение

Настоящий отчет составлен по итогам проведения межлабораторных сличительных испытаний по программе П.МСИ.Тр-532/024-2020 «Межлабораторные сличительные испытания контроля качества водных сред по показателю удельная активность бета-излучающих радионуклидов (трития)»

Целью межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества измерений удельной активности трития, проводимых в организациях и лабораториях.

1. Изготовление, определение приписанного значения, а также значения расширенной неопределенности приписанного значения образцов для контроля (ОК).

Исследуемой характеристикой ОК в МСИ является:

– удельная активность бета-излучающего радионуклида (трития).

В качестве ОК при проведении МСИ использовался комплект из двух специально изготовленных образцов водных растворов трития.

Первый ОК содержит β – радионуклид (третий) в геометрии стеклянной вials 20 см³ с удельной активностью $\sim 10^6$ Бк/г.

Второй ОК содержит β – радионуклид (третий) в геометрии стеклянной вials 20 см³ с удельной активностью $\sim 10^4$ Бк/г.

Изготовление ОК проводилось специалистами ФГУП «ПО «Маяк» в соответствии с Техническим заданием № 505/532.48-2021.

Приписанное значения удельной активности трития в ОК и значение расширенной неопределенности приписанного значения при коэффициенте охвата $k = 2$, что соответствует доверительным границам суммарной погрешности (при $P = 0,95$) устанавливалось методом межлабораторной аттестации по результатам МСИ силами Провайдера.

Требования к изготовлению, контролю качества, хранению ОК изложены в ТЗ № 505/532.48-2021.

Однородность ОК обеспечивалась процедурой приготовления всех экземпляров из одного раствора путем разбавления этого раствора до необходимого значения активности трития.

Стабильность исследуемой характеристики гарантируется стабильностью изотопа трития, период полураспада которого составляет 12,32 года, и остается практически неизменной за время проведения этапа МСИ.

Прослеживаемость приписанного значения ОК к единицам активности обеспечивается использованием поверенных средств измерения. Передача размера осуществляется от первичного эталона активности ГЭТ 6-2016 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений активности радионуклидов, удельной активности радионуклидов, потока и плотности потока альфа-, бета-частиц и фотонов радионуклидных источников утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.12.2018 № 2841.

1.1 Определение приписанного значения ОК методом межлабораторной аттестации

Определение приписанных значений ОК-1 и ОК-2 проводилось по результатам проведенных МСИ в соответствие с п 5 ГОСТ 8.532-2002. Статистические данные для определения приписанного значения ОК-1 и ОК-2 представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Статистические данные для определения приписанного значения ОК

№ п/п	Значение удельной активности водного раствора трития, Бк/г	
	ОК-1, $X \times 10^6$	ОК-2, $X \times 10^4$
1	2	3
1	2,720702	1,0152
2	2,745577	0,9867
3	2,314778	0,9343
4	2,405258	0,963

Окончание таблицы 1

1	2	3
5	2,22	1,03
6	2,24	0,98
7	2,21	0,96
8	2,44	1,11
9	2,18	0,902
10	1,954229	0,8357
11	1,66	0,863
12	2,198648	1,0298
13	2,52	0,964
14	2,52	1,09
15	1,86	0,39
16	6,61	1,24
17	2,23	1
18	2,224786	1,0804
19	2,186667	1,1233

Для определения приписанного значения ОК-1 и ОК-2 массивы данных проверяли на грубые выбросы по критерию Граббса по формулам:

$$U_{max} = \frac{y_{max} - \bar{y}}{s} \quad \text{или} \quad U_{min} = \frac{\bar{y} - y_{min}}{s}, \quad (1)$$

где y_{max} , y_{min} – максимальное или минимальное значение в выборке, которое нужно проверить на аномальность;

\bar{y} – среднее арифметическое значение результатов определения;

s – выборочное среднеквадратичное отклонение.

Результат расчета сравнивали со справочной величиной β . Для объема выборки $n = 19$ и уровне значимости $\alpha = 0,05$ значение $\beta = 2,53$, соответственно. Если $U_{min(max)} \geq \beta$, то результат признается аномальным и исключается из дальнейшего расчета.

Для выборки статистически данных по определению удельной β -активности ОК-1 аномальным может быть результаты № 11 и 16 со значениями $1,66 \cdot 10^6$ Бк/г и $6,61 \cdot 10^6$ Бк/г. Проверка на аномальность результата № 11 показала, что

$$U_{min} = \frac{2,50 - 1,66}{1,03} = 0,82,$$

что меньше справочного значения β и результат измерения № 11 не признается аномальным.

Проверка на аномальность результата № 16 показала, что

$$U_{min} = \frac{6,61-2,50}{1,03} = 3,99,$$

что больше справочного значения β , таким образом, результат измерения № 16 признается аномальным и исключается из дальнейшей статистической обработки.

Для выборки статистически данных по определению удельной β -активности ОК-2 аномальным может быть результаты № 15 и 16 со значениями $0,39 \cdot 10^4$ Бк/г и $1,24 \cdot 10^4$ Бк/г. Проверка на аномальность результата № 15 показала, что

$$U_{min} = \frac{0,97-0,39}{0,17} = 3,42,$$

что больше справочного значения β и результат измерения № 15 признается аномальным и исключается из дальнейшей статистической обработки.

Проверка на аномальность результата № 16 показала, что

$$U_{min} = \frac{1,24-0,97}{0,17} = 1,56,$$

что меньше справочного значения β , таким образом, результат измерения № 16 не признается аномальным.

Далее оставшиеся значения измерений ОК-1 и (или) ОК-2 располагали в ряд от наименьшего значения к наибольшему и далее определяли медиану результатов \bar{X} по формуле:

$$\bar{X} = med\{X_i\} = \begin{cases} \frac{X_{N/2} + X_{N/2+1}}{2} - \text{Для четных } N \\ X_{N+1/2} - \text{Для нечетных } N \end{cases} \quad (2)$$

Статистические данные в порядке возрастания:

1,66 < 1,86 < 1,954229 < 2,18 < 2,186667 < 2,198648 < 2,21 < 2,22 < 2,224786 < 2,24 < 2,3 < 2,314778 2,405258 < 2,44 2,52 2,52 2,720702 < 2,7455771

Медиана данного массива будет равна $\bar{X}_1 = \frac{2,24+2,224786}{2} = 2,23$.

Выполним подобные действия для второго массива данных, в результате получим ряд вида:

0,8357 < 0,863 < 0,902 < 0,9343 < 0,96 < 0,963 < 0,964 < 0,98 < 0,9867 < 1,0
< 1,0152 < 1,0298 < 1,03 < 1,0804 < 1,09 < 1,11 < 1,1233

Медиана данного массива будет равна $\widetilde{X}_2 = \frac{0,98+1,0}{2} = 0,99$.

Далее вычисляли абсолютные отклонения результатов измерений от медианы $d0_i$ по формуле:

$$d0_i = |X_i - \widetilde{X}| \quad (3)$$

Полученные данные также располагали в порядке возрастания, и снова определяли медиану ряда (медиану нулевых отклонений $MAD0$).

0,008 < 0,0076 < 0,012 < 0,022 < 0,034 < 0,046 < 0,052 < 0,068 < 0,082 <
< 0,17 < 0,21 0,28 < 0,29 < 0,29 < 0,37 < 0,49 < 0,51 < 0,57

Медиана нулевых отклонений этого ряда составит $MAD0_1 = 0,13$.

0,0067 < 0,0067 < 0,013 < 0,022 < 0,029 < 0,030 < 0,033 < 0,036 < 0,037 <
< 0,059 < 0,087 < 0,091 < 0,097 < 0,097 < 0,12 < 0,13 < 0,13 < 0,16

Медиана нулевых отклонений этого ряда составит $MAD0_2 = 0,05$.

Далее определили величину критического отклонения результатов от медианы C_k по формуле:

$$C_k = 3 \cdot MAD0 \quad (4)$$

Для результатов измерения ОК-1 $C_k = 0,38$, для результатов измерения ОК-2 $C_k = 0,14$. Далее проводилось сравнение нулевых отклонений $d0_i$ со значением критического отклонения C_k каждого ряда. Результаты сравнения представлены в таблице 2.

Таблица 2 – результаты сравнения нулевых отклонений со значением критического отклонения

№ п/п	Результаты сравнения для ряда ОК-1			Результаты сравнения для ряда ОК-2		
	$d0_i$	C_k	Результат	$d0_i$	C_k	Результат
1	0,57	0,38	не выполнен	0,16	0,14	не выполнен
2	0,37		выполнен	0,13		выполнен
3	0,28		выполнен	0,091		выполнен
4	0,052		выполнен	0,059		выполнен
5	0,046		выполнен	0,033		выполнен
6	0,034		выполнен	0,030		выполнен
7	0,022		выполнен	0,029		выполнен
8	0,012		выполнен	0,013		выполнен
9	0,0076		выполнен	0,0067		выполнен
10	0,0076		выполнен	0,0067		выполнен
11	0,068		выполнен	0,022		выполнен
12	0,082		выполнен	0,036		не выполнен
13	0,17		выполнен	0,03665		выполнен
14	0,21		выполнен	0,08705		выполнен
15	0,29		выполнен	0,09665		выполнен
16	0,29		выполнен	0,09665		выполнен
17	0,49		не выполнен	0,11665		выполнен
18	0,51		не выполнен	0,12995		выполнен

В обоих случаях имеются отклонения поэтому величину приписанного значения находят по формуле:

$$A = \frac{1}{W} \cdot \sum_{i=1}^N w_i \cdot X_i \quad (5)$$

где W – сумма весовых коэффициентов w_i .

Весовые коэффициенты для каждого значения каждого ряда рассчитывались по формуле:

$$w_i = \begin{cases} (1 - U_i^2)^2 & \text{Для } U_i < 1 \\ 0 & \text{— } U_i \geq 1 \end{cases} \quad (6)$$

где U_i – нормированное отклонение результата от медианы определяющееся по формуле:

$$U_i = \frac{d0_i}{5,2 \cdot MAD0} \quad (7)$$

Значения весовых коэффициентов, а также нормированных отклонений результатов измерения от медианы для каждого ряда данных приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Значения весовых коэффициентов и нормированных отклонений

№ п/п	Данные для ряда ОК-1		Данные для ряда ОК-2	
	U_i	w_i	U_i	w_i
1	2	3	4	5
1	0,86	0,066	0,63	0,3583
2	0,56	0,47	0,52	0,5264
3	0,42	0,68	0,38	0,7486
4	0,079	0,99	0,24	0,8905
5	0,069	0,99	0,13	0,9644
6	0,051	0,99	0,12	0,9705
7	0,03	0,9977	0,12	0,9724
8	0,019	0,999	0,054	0,9943
9	0,011	0,9997	0,027	0,9986
10	0,011	0,9997	0,027	0,9986
11	0,10	0,9794	0,088	0,9846
12	0,12	0,9694	0,15	0,9575
13	0,26	0,8689	0,15	0,9570
14	0,31	0,8139	0,35	0,7702
15	0,43	0,65965	0,39	0,7210
16	0,43	0,65965	0,389	0,7210
17	0,74	0,21032	0,47	0,6087
18	0,77	0,16164	0,527	0,5289

Таким образом, приписанные значения ОК-1 и ОК-2 рассчитанные по формуле 6 составляют $2,27 \cdot 10^6$ Бк/г и $1,01 \cdot 10^4$ Бк/г, соответственно.

1.2 Определение расширенной неопределенности приписанного значения ОК методом межлабораторной аттестации.

Значение расширенной неопределенности приписанного значения при коэффициенте охвата $k = 2$, соответствующее значению погрешности межлабораторной аттестации, определяли по формуле:

$$\Delta_A = B_f \cdot S_A, \quad (8)$$

где S_A – среднеквадратическое отклонение, определяемое по формуле $S_A = 1,48 \cdot MAD2$;

B_f – справочное значение представленное в Приложение Б ГОСТ 8.532-2002 и составляет 0,514 для обоих массивов данных.

$MAD2$ – медиана абсолютных нулевых отклонений, которые определяются по формуле: $dl_i = |X_i - A|$, далее полученные данные снова распределяли в ряды в порядке возрастания значения:

$0,027 < 0,033 < 0,042 < 0,047 < 0,048 < 0,057 < 0,068 < 0,080 < 0,087 < 0,14 < 0,17 < 0,25 < 0,25 < 0,31 < 0,41 < 0,45 < 0,49 < 0,61$

Медиана ряда составит $MAD2_1 = 0,11$.

$0,0051 < 0,010 < 0,020 < 0,025 < 0,025 < 0,025 < 0,041 < 0,042 < 0,045 < 0,071 < 0,075 < 0,085 < 0,10 < 0,10 < 0,12 < 0,14 < 0,17 < 0,23$

Медиана ряда составит $MAD2_2 = 0,0579$.

Таким образом, значения погрешности межлабораторной аттестации для ОК-1 и ОК-2 составляют $0,09 \cdot 10^6$ Бк/г и $0,04 \cdot 10^4$ Бк/г, соответственно.

Из приведенных выше расчетов приписанные значения ОК-1 и ОК-2 и абсолютные значения погрешностей межлабораторной аттестации каждого вида ОК составят соответственно $(2,27 \pm 0,09) \times 10^6$ Бк/г и $(1,01 \pm 0,04) \times 10^4$ Бк/г.

2. Анализ методов (методик) измерений и испытаний

Лаборатории для определения удельной активности бета-излучающих радионуклидов могли использовать любые аттестованные методики измерений. В подавляющем большинстве случаев для измерения были использованы:

- МИ 4143-2011 «Методика определения объемной активности трития в воде на жидкосцинтилляционном радиометре «Tri-Carb 2910 TR»;

- Методика выполнения измерений альфа-, бета-излучающих радионуклидов в жидких и твердых пробах с использованием радиометра альфа- бета-излучения спектрометрического «Quantulus 1220»;

- Третий. Методика измерений объемной и поверхностной активности радиометрическим методом»;

- Методика выполнения измерений активности альфа-, бета-излучающих радионуклидов с использованием жидкосцинтилляционного комплекса СКС.

3. Анализ результатов МСИ

3.1 Оценка характеристик функционирования по статистическому критерию

Анализ результатов участников проводился по статистическому критерию.

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

$$(E_n)_i = \frac{x - X_i}{\sqrt{U_x^2 + U_X^2}} \quad (9)$$

где X_i - результат измерения ОК лабораторией;

x – приписанное значение ОК;

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

U_X – расширенная неопределенность приписанного значения, которая соответствует погрешности межлабораторной аттестации.

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

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

Результаты расчета статистического критерия E_n при определении удельной активности трития в ОК-1 и ОК-2 представлены в таблицах 4 и 5.

Таблица 4 – Результаты расчета статистического критерия при определении удельной активности трития ОК-1

Шифр ОК	Приписанное значение ОК $A \cdot 10^6$, Бк/г	Погрешность межлабораторной аттестации $\Delta_A \cdot 10^6$, Бк/г	Результат лаборатории, Бк/г	Значение расширенной неопределенности результата лаборатории Δ_X , Бк/г	E_n	Итог
16	2,27	0,09	2720702	870625	0,51	Удовлетворительно
17	2,27	0,09	2745577	878585	0,54	Удовлетворительно
18	2,27	0,09	2314778	740729	0,06	Удовлетворительно
19	2,27	0,09	2405258	769683	0,17	Удовлетворительно
20	2,27	0,09	$2,22 \cdot 10^6$	$0,333 \cdot 10^6$	0,14	Удовлетворительно
21	2,27	0,09	$2,24 \cdot 10^6$	$0,45 \cdot 10^6$	0,07	Удовлетворительно
22	2,27	0,09	$2,21 \cdot 10^6$	$0,4 \cdot 10^6$	0,15	Удовлетворительно
23	2,27	0,09	$2,44 \cdot 10^6$	$0,41 \cdot 10^6$	0,40	Удовлетворительно
24	2,27	0,09	$2,18 \cdot 10^6$	$0,44 \cdot 10^6$	0,20	Удовлетворительно
25	2,27	0,09	1954229	586269	0,53	Удовлетворительно
26	2,27	0,09	$1,66 \cdot 10^6$	$0,72 \cdot 10^6$	0,84	Удовлетворительно
27	2,27	0,09	2198648	549662	0,13	Удовлетворительно
28	2,27	0,09	$2,52 \cdot 10^6$	$0,424 \cdot 10^6$	0,58	Удовлетворительно
29	2,27	0,09	$2,5 \cdot 10^6$	$0,38 \cdot 10^6$	0,64	Удовлетворительно
30	2,27	0,09	$1,86 \cdot 10^6$	$0,47 \cdot 10^6$	0,86	Удовлетворительно
31	2,27	0,09	$6,61 \cdot 10^6$	$0,71 \cdot 10^6$	6,06	Неудовлетворительно
32	2,27	0,09	$2,23 \cdot 10^6$	$1,5 \cdot 10^6$	0,03	Удовлетворительно
33	2,27	0,09	2224786	444958	0,10	Удовлетворительно
34	2,27	0,09	2186667	30618	0,26	Удовлетворительно

Таблица 5 – Результаты расчета статистического критерия при определении удельной активности трития ОК-2

Шифр ОК	Приписанное значение ОК $A \cdot 10^6$, Бк/г	Погрешность межлабораторной аттестации $\Delta_A \cdot 10^6$, Бк/г	Результат лаборатории X, Бк/г	Значение расширенной неопределенности результата лаборатории Δ_X , Бк/г	E_n	Итог
1	2	3	4	5	6	7
16	1,01	0,04	10152	3249	0,02	Удовлетворительно
17	1,01	0,04	9867	3157	0,07	Удовлетворительно
18	1,01	0,04	9343	2990	0,25	Удовлетворительно
19	1,01	0,04	9630	3082	0,15	Удовлетворительно
20	1,01	0,04	$1,03 \cdot 10^4$	$1,55 \cdot 10^3$	0,12	Удовлетворительно
21	1,01	0,04	$0,98 \cdot 10^4$	$0,22 \cdot 10^4$	0,13	Удовлетворительно
22	1,01	0,04	$0,96 \cdot 10^4$	$0,18 \cdot 10^4$	0,27	Удовлетворительно

Окончание таблицы 5

1	2	3	4	5	6	7
23	1,01	0,04	$1,11 \cdot 10^4$	$0,20 \cdot 10^4$	0,49	Удовлетворительно
24	1,01	0,04	$9,02 \cdot 10^4$	$1,8 \cdot 10^3$	0,59	Удовлетворительно
25	1,01	0,04	8357,34	2507,20	0,69	Удовлетворительно
26	1,01	0,04	$8,63 \cdot 10^3$	$3,73 \cdot 10^3$	0,39	Удовлетворительно
27	1,01	0,04	10298	2883	0,07	Удовлетворительно
28	1,01	0,04	$9,64 \cdot 10^3$	$1,52 \cdot 10^3$	0,29	Удовлетворительно
29	1,01	0,04	$1,09 \cdot 10^4$	$0,16 \cdot 10^4$	0,49	Удовлетворительно
30	1,01	0,04	$0,39 \cdot 10^4$	$0,10 \cdot 10^4$	5,76	Неудовлетворительно
31	1,01	0,04	$1,24 \cdot 10^4$	$0,14 \cdot 10^4$	1,58	Неудовлетворительно
32	1,01	0,04	$1,0 \cdot 10^4$	$0,7 \cdot 10^4$	0,01	Удовлетворительно
33	1,01	0,04	10804	2161	0,32	Удовлетворительно
34	1,01	0,04	11233,3	1572,7	0,70	Удовлетворительно

На рисунках 1, 2 представлены диаграммы, являющиеся графическим отображением оценки результата лаборатории по статистическому критерию. На диаграммах каждый результат представлен с указанием границ расширенной неопределенности (доверительных границ погрешности при вероятности $P = 0,95$) измерения, указанной лабораторией.

Центральной линией на диаграммах обозначена величина приписанного значение ОК, интервал ограниченный красными линиями – границы погрешности межлабораторной аттестации.

Результаты измерений, неопределенности которых имеют пересечения с границами погрешности межлабораторной аттестации ОК и удовлетворяют значению статистического критерия - $1 < (E_n)_i \leq 1$, считаются удовлетворительными в границах заявленных неопределенностей.

Анализ экспериментальных данных при определении статистического критерия показал, что методики, применяющиеся при определении удельной бета-активности трития, позволяют проводить достаточно точные измерения: из пятнадцати результатов определения удельной активности водного раствора трития в ОК-1 четыре оказались неудовлетворительными, что составляет 27 % от общего числа. При определении удельной активности водного раствора трития в ОК-2 из четырнадцати результатов только один оказался отрицательным, что составляет 7 % от общего числа.

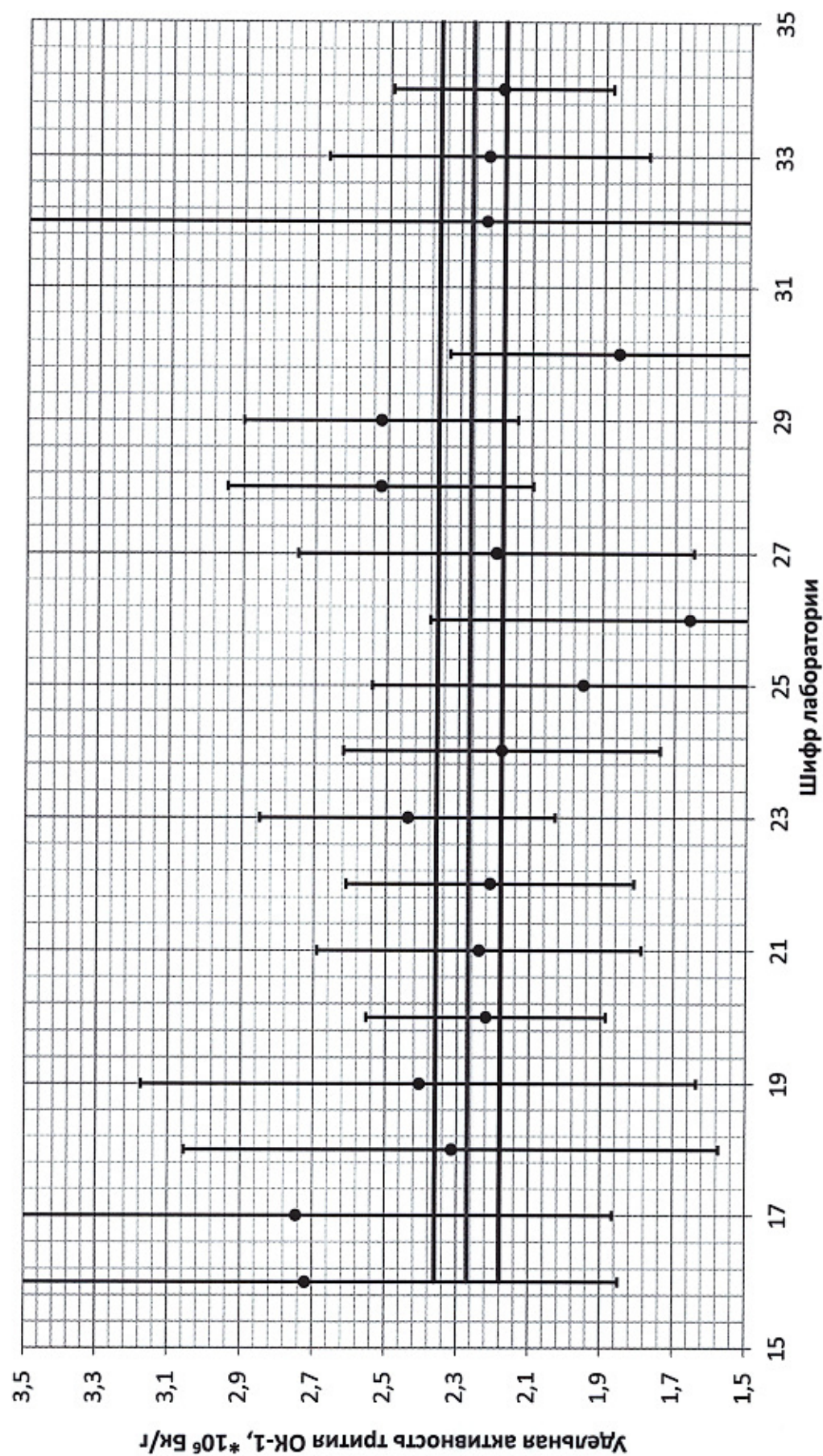


Рис. 1. Результаты МСИ по определению удельной активности бета-излучающих радионуклидов (третия) в ОК-1
 $A = (2,27 \pm 0,09) \times 10^6 \text{ Бк/г}$

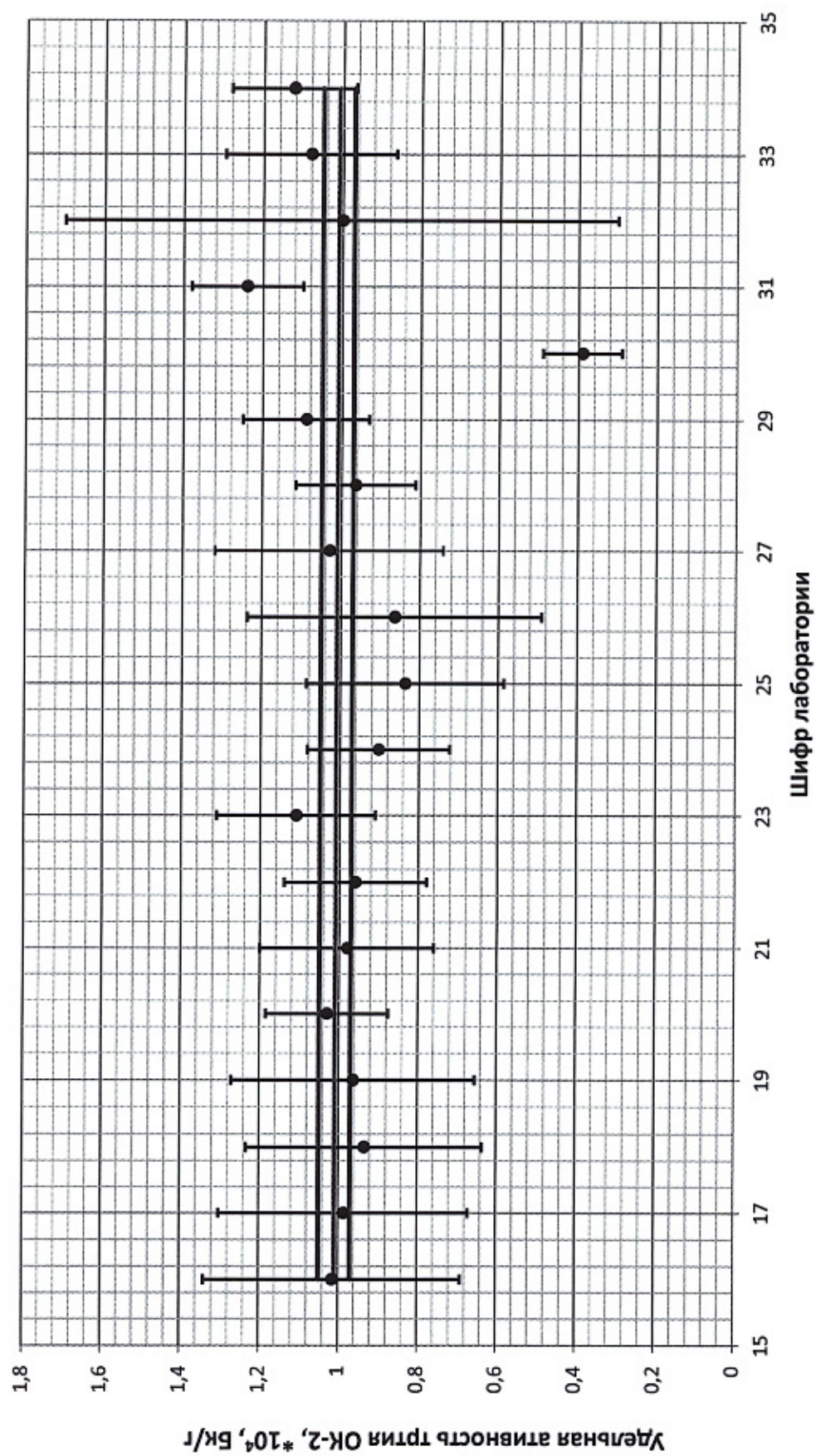


Рис. 2. Результаты МСИ по определению удельной активности бета-излучающих радионуклидов (третия) в ОК-2
 $A = (1,01 \pm 0,04) \times 10^4$ Бк/г.

3.2 Оценка характеристик функционирования по Z-индексу

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:

$$Z = \frac{X-A}{\sigma(\Delta_d)}, \quad (10)$$

где X – результат измерений;

A – приписанное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$ – среднее квадратическое отклонение погрешности (соответствующей значению расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$), установленной для методики измерений, равное $\Delta/2$ (РМГ-103-2010 ГСИ).

Заключение о качестве результатов измерений контролируемого параметра по каждому определяемому показателю делали на основе сравнения значения $|z|$ с установленными нормативами контроля для каждого участника МСИ:

- 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 при определении удельной активности трития в ОК представлены в таблицах 6 и 7.

Таблица 6 – Результаты расчета Z-индекса при определении удельной активности трития в ОК-1.

Шифр ОК	Приписанное значение ОК $A \cdot 10^6$, Бк/г	Погрешность межлабораторной аттестации $\Delta_A \cdot 10^6$, Бк/г	Результат лаборатории, Бк/г	Значение расширенной неопределенности результата лаборатории Δ_X , Бк/г	Z-индекс	Итог
1	2	3	4	5	6	7
16	2,27	0,09	2720702	870625	1,01	Удовлетворительно
17	2,27	0,09	2745577	878585	1,06	Удовлетворительно
18	2,27	0,09	2314778	740729	0,12	Удовлетворительно
19	2,27	0,09	2405258	769683	0,34	Удовлетворительно
20	2,27	0,09	$2,22 \cdot 10^6$	$0,333 \cdot 10^6$	0,29	Удовлетворительно
21	2,27	0,09	$2,24 \cdot 10^6$	$0,45 \cdot 10^6$	0,13	Удовлетворительно
22	2,27	0,09	$2,21 \cdot 10^6$	$0,4 \cdot 10^6$	0,29	Удовлетворительно
23	2,27	0,09	$2,44 \cdot 10^6$	$0,41 \cdot 10^6$	0,81	Удовлетворительно
24	2,27	0,09	$2,18 \cdot 10^6$	$0,44 \cdot 10^6$	0,40	Удовлетворительно
25	2,27	0,09	1954229	586269	1,06	Удовлетворительно
26	2,27	0,09	$1,66 \cdot 10^6$	$0,72 \cdot 10^6$	1,66	Удовлетворительно
27	2,27	0,09	2198648	549662	0,25	Удовлетворительно
28	2,27	0,09	$2,52 \cdot 10^6$	$0,424 \cdot 10^6$	1,16	Удовлетворительно
29	2,27	0,09	$2,5 \cdot 10^6$	$0,38 \cdot 10^6$	1,29	Удовлетворительно
30	2,27	0,09	$1,86 \cdot 10^6$	$0,47 \cdot 10^6$	1,71	Удовлетворительно
31	2,27	0,09	$6,61 \cdot 10^6$	$0,71 \cdot 10^6$	12	<i>Неудовлетворительно</i>
32	2,27	0,09	$2,23 \cdot 10^6$	$1,5 \cdot 10^6$	0,05	Удовлетворительно
33	2,27	0,09	2224786	444958	0,20	Удовлетворительно
34	2,27	0,09	2186667	30618	0,53	Удовлетворительно

Таблица 7 – Результаты расчета Z-индекса при определении удельной активности трития в ОК-2.

Шифр ОК	Приписанное значение ОК $A \cdot 10^6$, Бк/г	Погрешность межлабораторной аттестации $\Delta_A \cdot 10^6$, Бк/г	Результат лаборатории X, Бк/г	Значение расширенной неопределенности результата лаборатории Δ_X , Бк/г	Z-индекс	Итог
1	2	3	4	5	6	7
16	1,01	0,04	10152	3249	0,03	Удовлетворительно
17	1,01	0,04	9867	3157	0,14	Удовлетворительно
18	1,01	0,04	9343	2990	0,50	Удовлетворительно
19	1,01	0,04	9630	3082	0,30	Удовлетворительно
20	1,01	0,04	$1,03 \cdot 10^4$	$1,55 \cdot 10^3$	0,25	Удовлетворительно

Окончание таблицы 7

1	2	3	4	5	6	7
21	1,01	0,04	$0,98 \cdot 10^4$	$0,22 \cdot 10^4$	0,27	Удовлетворительно
22	1,01	0,04	$0,96 \cdot 10^4$	$0,18 \cdot 10^4$	0,54	Удовлетворительно
23	1,01	0,04	$1,11 \cdot 10^4$	$0,20 \cdot 10^4$	0,98	Удовлетворительно
24	1,01	0,04	$9,02 \cdot 10^4$	$1,8 \cdot 10^3$	1,18	Удовлетворительно
25	1,01	0,04	8357,34	2507,20	1,36	Удовлетворительно
26	1,01	0,04	$8,63 \cdot 10^3$	$3,73 \cdot 10^3$	0,77	Удовлетворительно
27	1,01	0,04	10298	2883	0,13	Удовлетворительно
28	1,01	0,04	$9,64 \cdot 10^3$	$1,52 \cdot 10^3$	0,59	Удовлетворительно
29	1,01	0,04	$1,09 \cdot 10^4$	$0,16 \cdot 10^4$	0,98	Удовлетворительно
30	1,01	0,04	$0,39 \cdot 10^4$	$0,10 \cdot 10^4$	12	Неудовлетворительно
31	1,01	0,04	$1,24 \cdot 10^4$	$0,14 \cdot 10^4$	3,22	Неудовлетворительно
32	1,01	0,04	$1,0 \cdot 10^4$	$0,7 \cdot 10^4$	0,03	Удовлетворительно
33	1,01	0,04	10804	2161	0,64	Удовлетворительно
34	1,01	0,04	11233,3	1572,7	1,41	Удовлетворительно

Анализ оценки результатов измерения удельной активности трития по Z-индексу показал идентичность результатов оценки по статистическому критерию для тех же оцениваемых параметров. Отрицательными признаны один результат измерения ОК-1 и два результата измерения ОК-2, что составляет 5 % и 11 %, соответственно.

Результаты участника № 31 получили неудовлетворительную оценку по обоим критериям при измерении обоих ОК, результаты участника № 30 неудовлетворительны при измерении ОК-2. Причем, у участника № 31 результаты измерения обоих ОК носят завышенный и сильно завышенный характер, в то время как у участника № 30 результаты наоборот имеют тенденцию к занижению.

Подобного рода результаты не имеют какой-либо корреляции и могут быть связаны с внутренними проблемами измерителей, например нарушениях при построении градуировочной характеристики средства измерения, неправильно или недостаточно корректно проведенной процедуры поверки основного СИ с некорректно проведенной процедурой пробоподготовки или неправильным расчетом определяемой величины.

У остальных участников не выявлено какой-либо закономерности в представленных результатах и отклонение от аттестованного значения носит случайный характер.

4. Выводы и рекомендации

Результаты МСИ показали, что подавляющее большинство участников получили удовлетворительные результаты.

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

В качестве корректирующих мероприятий лабораториям, получившим неудовлетворительный результат при измерениях удельной активности водного раствора трития, можно рекомендовать проведение внеплановой поверки (калибровки) средств измерений и (или) проверку построения градуировочных характеристик, проверку алгоритмов расчета определяемого показателя персоналом лаборатории.

5. Контактные сведения о провайдере МСИ

Провайдер МСИ (АО «ВНИИНМ»), аккредитованный в национальной системе аккредитации (уникальный номер записи в реестре аккредитованных лиц RA.RU.430166 от 24.10.2016).

123060, Москва, АО «ВНИИНМ»; Тел./факс: 8 (499) 190-23-25

Руководитель провайдера МСИ – директор научно-исследовательского метрологического отделения АО «ВНИИНМ» Горшков В.Б.

Координатор программы – старший научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения аналитического контроля АО «ВНИИНМ» Елистратова К.Н.

6. Конфиденциальность

Конфиденциальность результатов проведения проверок квалификации обеспечивается в соответствии с РК-505-3-2021, разработанным провайдером МСИ АО «ВНИИНМ» во исполнение требований п.4.10 ГОСТ ISO/IEC 17043-2013.

На основании заявления о конфиденциальности идентификация участников и результаты проведенной программы проверки квалификации

известны лишь ограниченному кругу персонала Провайдера (директору отделения, начальнику СП, проводящего МСИ, и координатору) и предоставляются лабораториям-участникам.

Заключение

По результатам проведенных МСИ, всем участникам были выданы свидетельства об участии.

Все свидетельства в качестве приложения содержат заключение с результатами измерений с указанием критериев их оценки.

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



И.М. Максимова

Ст. научный сотрудник лаборатории
метрологического обеспечения
аналитического контроля—
координатор МСИ, к.т.н.



К.Н. Елистратова

Конец отчета