

**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 №532/989-2023**

**О ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ  
ИСПЫТАНИЙ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ ДОЛИ УГЛЕРОДА В СТАЛИ (ИМИТАТОРЕ УРАНОВОЙ  
ПРОДУКЦИИ)**

**П.МСИ.СТУГ-532/042-2023**

**(окончательный)**

Москва 2023

## 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 .....	9
6    Контактные сведения о Провайдере МСИ .....	9
7    Конфиденциальность .....	9

## **Введение**

Настоящий отчет составлен по итогам проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) по программе П.МСИ.СТУГ-532/042-2023.

Целью межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являлась проверка качества измерений массовой доли углерода в стали (имитаторе урановой продукции).

В МСИ приняли участие 10 лабораторий.

## **1 Определяемые параметры (показатели)**

Объект измерения: хромникелевая сталь.

Определяемый параметр: массовая доля углерода.

Диапазоны измерений: от 0,005 % до 0,2 %.

## **2 Образцы для проверки квалификации**

В качестве образца для проверки квалификации (ОПК) использовались аттестованные на определяемые показатели стандартные образцы утвержденного типа (ГСО).

Аттестованное (опорное, приписанное) значение массовой доли углерода в выбранном в качестве ОПК по П.МСИ.СТУГ-532/042-2023 стандартного образца состава стали легированной типа Св-08Х19Н9Ф2С2 ГСО 966-91П (С41) составило  $(0,085 \pm 0,001) \%$ . Материал стандартного образца приготовлен из стали легированной в виде неокисленной стружки толщиной не более 0,4 мм. Границы абсолютных погрешностей аттестованных значений при доверительной вероятности  $P=0,95$  соответствуют расширенной неопределенности при коэффициенте охвата 2.

Материал ГСО был расфасован в стеклянные флаконы (навеска ОПК составила  $\approx 5$  г.) и герметично закупорен. На каждый флакон была нанесена этикетка, содержащая шифр Программы МСИ, шифр ОПК по порядку, массу ОПК и дату выпуска. Каждый ОПК был снабжен заданием на измерение, содержащим уточняющую и поясняющую информацию по проведению



испытаний, требования по безопасности и требования по предоставлению результатов измерений (формы протоколов испытаний), а также чек-листом о получении. Потребительская и транспортная тара ОПК обеспечивали условия, при которых сохраняется целостность упаковки и неизменность метрологических характеристик ОПК.

Заявление о прослеживаемости: Аттестованное значение массовой доли углерода в стандартном образце утвержденного типа установлено путем межлабораторной аттестации с применением поверенных (калиброванных) средств измерений, при этом результаты лабораторий-участников получены с применением методик, основанных на принципах стехиометрии либо градуировках (калибровках) с применением чистых металлов, стехиометрических соединений и/или сертифицированных (аттестованных) стандартных образцов, в том числе стандартных образцов утвержденного типа.

Однородность ОПК установлена при испытаниях в целях утверждения типа ГСО. Стабильность ОПК обеспечивается неизменностью метрологических характеристик ГСО за время проведения МСИ.

### 3 Методы (методики) измерений

Для проведения измерений могли быть использованы любые методики измерений. Для проведения измерений массовой доли углерода лаборатории использовали следующие методики:

- ГОСТ 12344-2003 Стали легированные и высоколегированные. Методы определения углерода;

- ОИ 001.831-2020 Диоксид плутония. Смешанное уран-нитридное оксидное топливо. Определение массовой доли общего углерода методом инфракрасной абсорбционной спектроскопии после сжигания пробы;

- ОСТ 95832-2006 Уран, оксиды урана, его сплавы и соединения. Методики выполнения измерений примеси углерода кулонометрическим методом;

- ИА 67-93-2013 Инструкция аналитическая. Нитрид урана. Смешанное уран-плутониевое нитридное топливо. Методика выполнения измерений массовой доли углерода на анализаторе LECO;

- Руководство пользователя на анализатор серы и углерода CS-230.

#### 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 лаборатории;

$x$  – 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 углерода представлены в таблице 1.



Таблица 1 – Результаты расчета статистического критерия  $E_n$  при измерении массовой доли углерода

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, %	Результат измерения лаборатории, %	Погрешность (неопределенность) лаборатории, %	$E_n$	Вывод по $E_n$
1	2	3	4	5	6	7
1	0,085	0,001	0,086	0,008	0,12	удовлетворительно
2	0,085	0,001	0,085	0,011	0,00	удовлетворительно
3	0,085	0,001	0,085	0,008	0,00	удовлетворительно
4	0,085	0,001	0,088	0,008	0,37	удовлетворительно
5	0,085	0,001	0,082	0,009	0,33	удовлетворительно
6	0,085	0,001	0,0869	0,008	0,24	удовлетворительно
7	0,085	0,001	0,087	0,008	0,25	удовлетворительно
7	0,085	0,001	0,086	0,008	0,12	удовлетворительно
8	0,085	0,001	0,088	0,008	0,37	удовлетворительно
9	0,085	0,001	0,089	0,027	0,15	удовлетворительно
10	0,085	0,001	0,08	0,01	0,50	удовлетворительно

По статистическому критерию при измерении углерода были получены только удовлетворительные результаты.

Графическое представление статистического критерия представлено на рисунке 1.

Центральной линией на диаграммах обозначено приписанное значение ОПК. Интервал, ограниченный линиями, – границы расширенной неопределенности приписанного значения ОПК. Результаты измерений, которые удовлетворяют значению критерия  $|E_n| \leq 1$ , считаются удовлетворительными в границах заявленных неопределенностей (погрешностей).

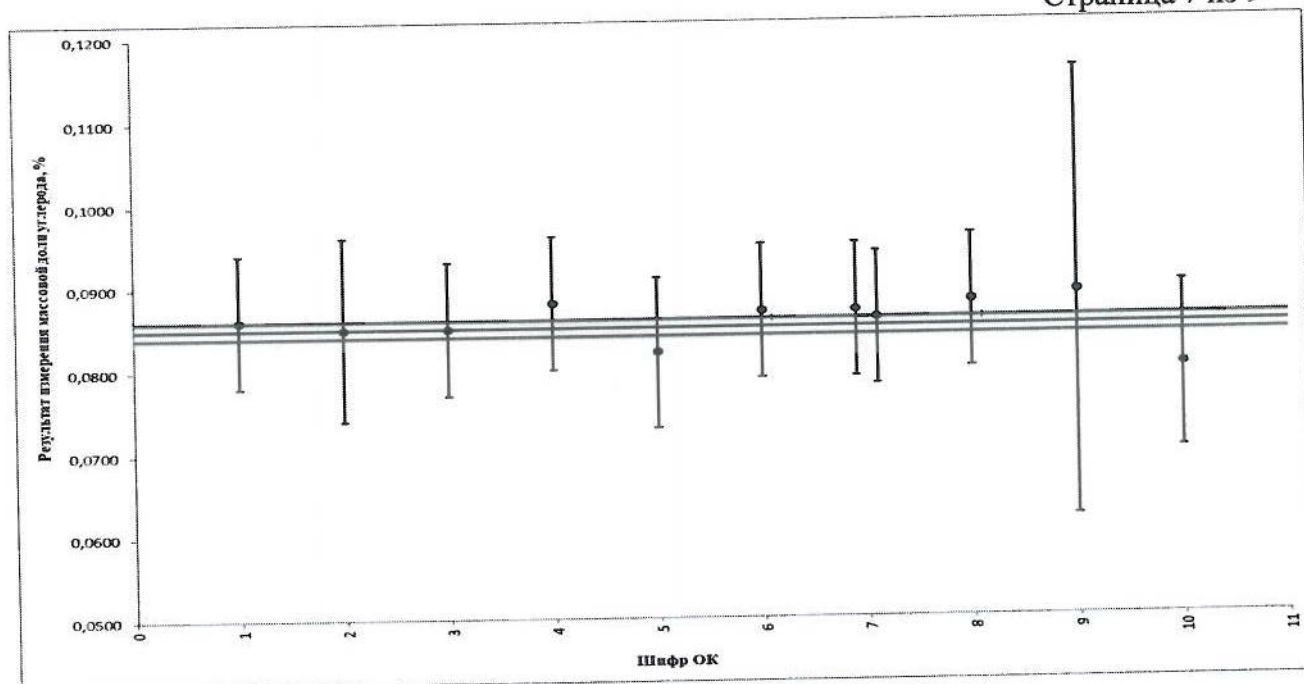


Рисунок 1 – Результаты измерений массовой доли углерода

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 расчета Z-индекса для результатов измерений массовой доли углерода представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты расчета Z-индекса при измерении массовой доли углерода

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, %	Результат измерения лаборатории, %	Погрешность (неопределенность) лаборатории, %	Z	Вывод по Z
1	0,085	0,001	0,086	0,008	0,25	удовлетворительно
2	0,085	0,001	0,085	0,011	0,00	удовлетворительно
3	0,085	0,001	0,085	0,008	0,00	удовлетворительно
4	0,085	0,001	0,088	0,008	0,75	удовлетворительно
5	0,085	0,001	0,082	0,009	0,67	удовлетворительно
6	0,085	0,001	0,0869	0,008	0,48	удовлетворительно
7	0,085	0,001	0,087	0,008	0,50	удовлетворительно
7	0,085	0,001	0,086	0,008	0,25	удовлетворительно
8	0,085	0,001	0,088	0,008	0,75	удовлетворительно
9	0,085	0,001	0,089	0,027	0,30	удовлетворительно
10	0,085	0,001	0,08	0,01	1,00	удовлетворительно

Критерии  $E_n$  и Z-индекс коррелируют друг с другом. Оба критерия подтверждают удовлетворительное качество проведенных измерений всех ОПК.



## 5 Выводы

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний все лаборатории-участницы подтвердили удовлетворительное качество измерений массовой доли углерода в стали (имитаторе урановой продукции).

## 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).

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-505-3-2023, 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  
08.12.2023

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

 Е.Е. Лебенкова  
08.12.2023

Конец отчета