

**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 №532/990-2023**

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

**П.МСИ.СТА3-532/043-2023**

**(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 .....	8
6    Контактные сведения о Провайдере МСИ.....	8
7    Конфиденциальность .....	9

## **Введение**

Настоящий отчет составлен по итогам проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) по программе П.МСИ.СТАЗ-532/043-2023.

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

В МСИ приняли участие 3 лаборатории.

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

Объект измерения: хромникелевая сталь.

Определяемый параметр: массовая доля азота.

Диапазоны измерений: от 0,003 % до 0,05 %.

### **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 азота в выбранном в качестве ОПК по П.МСИ.СТАЗ-532/043-2023 стандартном образце стали легированной типа 37Х12Н8Г8МФБ (С31) ГСО 968-93П составило  $(0,033 \pm 0,001)$  %. 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 азота 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.

Характеристика однородности 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 азота лаборатории использовали следующие методики:

- ОИ 001.830-2020 Диоксид плутония. Смешанное уран-нитридное оксидное топливо. Определение массовой доли азота методом температурной экстракции в потоке инертного газа-носителя;
- ОСТ 95 10311-88 Уран. Методика газохроматографического определения азота с применением импульсного нагрева;
- Руководство пользователя на анализатор EMGA 620 W.

#### 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 азота представлены в таблице 1.

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

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, %	Результат измерения лаборатории, %	Погрешность (неопределенность) лаборатории, %	$E_n$	Вывод по $E_n$
2	0,033	0,001	0,049	0,013	1,23	неудовлетворительно
3	0,033	0,001	0,031	0,014	0,14	удовлетворительно
4	0,033	0,001	0,032	0,003	0,32	удовлетворительно
5	0,033	0,001	0,037	0,019	0,21	удовлетворительно

По статистическому критерию при измерении азота был получен только один неудовлетворительный результат.

Графическое представление статистического критерия представлено на рисунке 1.

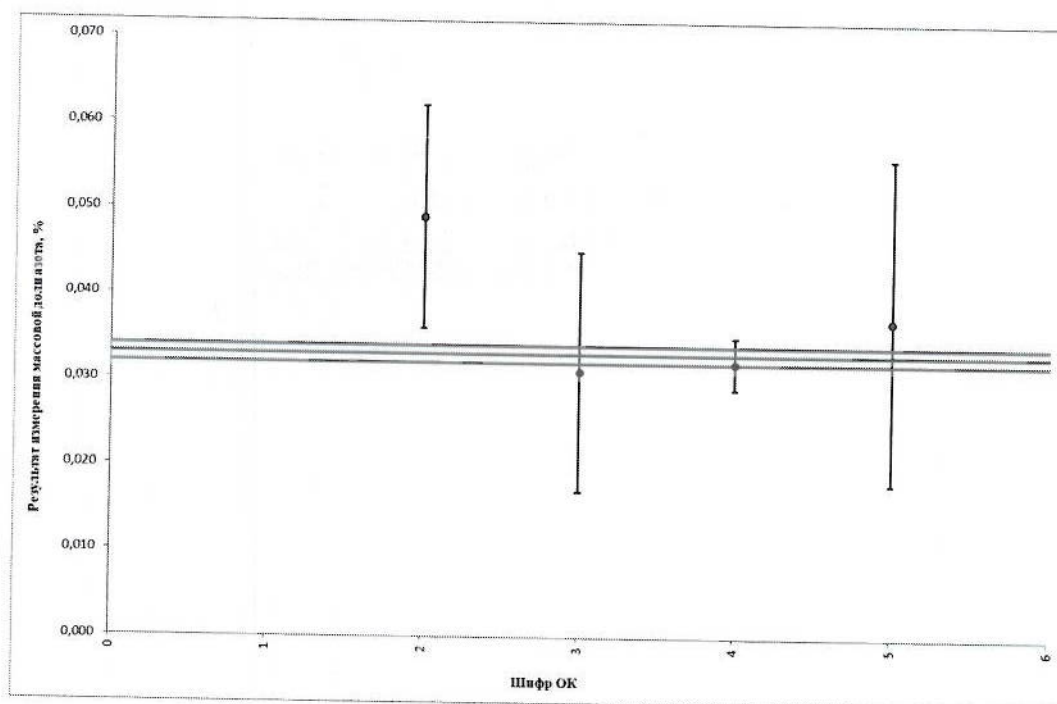


Рисунок 1 – Результаты измерений массовой доли азота

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).

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 азота представлены в таблице 2.

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

Шифр ОПК	Приписанное значение ОПК, %	Расширенная неопределенность приписанного значения ОПК, %	Результат измерения лаборатории, %	Погрешность (неопределенность) лаборатории, %	Z	Вывод по Z
2	0,033	0,001	0,049	0,013	2,46	сомнительно
3	0,033	0,001	0,031	0,014	0,29	удовлетворительно
4	0,033	0,001	0,032	0,003	0,67	удовлетворительно
5	0,033	0,001	0,037	0,019	0,42	удовлетворительно

Критерии  $E_n$  и Z-индекс коррелируют друг с другом. Результат измерения ОПК 2, сомнительный по Z-индексу, является неудовлетворительным по статистическому критерию.

## 5 Выводы

По результатам проведенных межлабораторных сличительных испытаний 3 из 4 лабораторий-участниц подтвердили удовлетворительное качество измерений массовой доли азота 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.

  
08.12.2023

И.М. Максимова

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



Е.Е. Лебенкова

08.12.2023

**Конец отчета**