



ВНИИНМ
РОСАТОМ

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»)

Директор научно-
исследовательского
метрологического отделения –
руководитель Провайдера МСИ



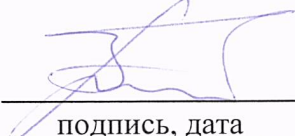
В.Б. Горшков
2022 г.

ОТЧЕТ № 533/1002-2022
О ПРОВЕДЕННЫХ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ
ИСПЫТАНИЯХ ПО КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
ТВЕРДОСТИ ПО РОКВЕЛЛУ (ШКАЛЫ В И С) И ПО ВИККЕРСУ
В ОРГАНИЗАЦИЯХ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»
ПО ПРОГРАММЕ «П.МСИ.ТВР-533/027-2021»

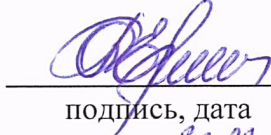
Москва
2022

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

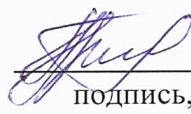
Начальник лаборатории


_____ В.В. Лесин
подпись, дата (все разделы)
21.12.2022

Ведущий инженер


_____ О.Б. Ермолова
подпись, дата (все разделы)
21.12.2022

Ведущий инженер


_____ А.А. Томшина
подпись, дата (все разделы)
21.12.2022

СОДЕРЖАНИЕ

	ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ.....	4
	ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	5
	ВВЕДЕНИЕ	6
1	Цели МСИ	7
2	Данные о Провайдере	7
3	Участники МСИ	8
4	Заявление о конфиденциальности	11
5	Выбор методик, объектов испытаний и определяемых (контролируемых) показателей	12
6	Разработка образцов для контроля. Обеспечение однородности и стабильности ОК	13
7	Установление опорных значений (аттестация) ОК	15
8	Шифрование, упаковка и рассылка ОК	16
9	Меры по предотвращению сговора участников МСИ и фальсификации результатов МСИ.....	18
10	Проведение испытаний по контролю качества измерений твердости	18
11	Формы предоставления результатов измерений участниками МСИ.....	19
12	Анализ результатов испытаний, проведенных ИЛ. Статистическая обработка представленных данных	20
13	Выработка предложений по устранению выявленных отклонений	42
14	Подготовка свидетельств и заключений об участии в МСИ	43
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ	44
	ПРИЛОЖЕНИЕ А Задание на проведение измерений	45

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем отчете применены следующие термины с соответствующими определениями:

Межлабораторные сличительные испытания (МСИ): Организация, проведение и оценка испытаний одних и тех же или таких же объектов двумя или большим числом лабораторий в соответствии с заранее установленными условиями.

Провайдер МСИ: Предприятие (организация), осуществляющее деятельность по проведению МСИ с целью проверки квалификации ИЛ и прошедшее в установленном порядке проверку компетентности в этом виде деятельности.

Испытательная лаборатория (ИЛ): Лаборатория, которая проводит испытания.

Образец для контроля (ОК): вещество (материал) с установленными значениями одной или нескольких величин, характеризующих состав или свойства этого вещества (материала), предназначенное для контроля точности результатов измерений (испытаний) близких по составу или свойствам веществ (материалов).

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ

В настоящем отчете о НИР применяют следующие обозначения и сокращения:

АЭС – атомная электростанция;

ФГИС ФСА – федеральная государственная информационная система Федеральной службы по аккредитации;

ИЛ – испытательная лаборатория;

МВИ – методика измерений;

МВИс – методика испытаний;

МСИ – межлабораторные сличительные испытания;

ОК – образец для контроля;

РД – руководящий документ;

ТУ – технические условия

ВВЕДЕНИЕ

Межлабораторные сличительные испытания включают в себя организацию, проведение измерений и оценку их результатов на специально изготовленных шифрованных образцах для контроля в соответствии с предварительно заданными условиями.

Заказчик Программы и настоящего раунда МСИ – Государственная корпорация по атомной энергии «Росатом».

Провайдер настоящего раунда МСИ – АО «ВНИИНМ», аккредитованный в национальной системе аккредитации (Аттестат аккредитации RA.RU.430166 от 24.10.2016).

Настоящий раунд МСИ был проведен по Программе межлабораторных сличительных испытаний по контролю качества измерения твердости по Роквеллу (шкалы В и С) и Виккерсу «П.МСИ.ТВР-533/027-2021». Данная программа устанавливала способы внешнего контроля качества (точности) измерений (испытаний), выполняемых в лабораториях, основанные на межлабораторных сличительных экспериментах. Это позволило оценить достоверность результатов, полученных в каждой отдельной лаборатории, и дало наглядное представление о реальной точности измерений (испытаний) в целом.

1 Цели и задачи МСИ

Целями настоящих МСИ являлись контроль и анализ качества измерений (испытаний) механических свойств образцов по показателям твердости (твердость по Роквеллу шкалы В и С, твердость по Виккерсу) в ИЛ и оценка характеристики функционирования ИЛ в целом. Достижение этих целей позволит обеспечить дополнительное доверие заказчиков к качеству результатов измерений и возможность признания компетентности ИЛ на международном уровне.

Основными задачами проводимых МСИ являлись:

- контроль достоверности результатов проводимых измерений (испытаний) в каждой конкретной ИЛ;
- подтверждение заявленных характеристик погрешностей методик испытаний, используемых в каждой конкретной ИЛ;
- выявление различия между разными ИЛ;
- выявление проблем в каждой конкретной ИЛ.

В качестве ОК были изготовлены и охарактеризованы специальные образцы для контроля. ОК были разосланы в адрес ИЛ поочередно, то есть для реализации МСИ выбрана последовательная схема проведения.

2 Данные о Провайдере

Провайдер проверки квалификации:

Провайдер МСИ – АО «ВНИИНМ», аккредитованный в национальной системе аккредитации (Аттестат аккредитации RA.RU.430166 от 24.10.2016), 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.

Координаторы программы – начальник лаборатории метрологического обеспечения контроля свойств АО «ВНИИНМ» Лесин В.В., ведущий инженер лаборатории метрологического обеспечения контроля свойств АО «ВНИИНМ» Ермолова О.Б.

3 Участники МСИ

Выбор участников МСИ производился на основании результатов опроса, проведенного Госкорпорацией «Росатом» в 2021 году среди организаций Госкорпорации «Росатом» – исх. №1-8.16/42616 от 02.09.2021 и приглашения к участию в МСИ от Провайдера – исх.№26/505/6692-ИВК от 21.09.2021.

Принимать участие в МСИ могли любые испытательные (измерительные) лаборатории (отделы, участки), организаций, входящих в Госкорпорацию «Росатом», компетентные в проведении измерений (испытаний) механических свойств. Наличие (отсутствие) аттестата аккредитации у ИЛ-участника не накладывало ограничений на участие в МСИ. Участие в МСИ являлось добровольным.

Если организация-участник представляла несколько независимых результатов испытаний, полученных в разных ИЛ или на разных участках в одной ИЛ, или разными методами и на разном оборудовании, но в одной ИЛ, то каждый результат считался независимым и ему присваивался свой идентификационный код.

В соответствии с требованиями критериев аккредитации Провайдеров МСИ все участники МСИ были предупреждены о том, что информация о ИЛ-участниках настоящих МСИ, аккредитованных в национальной системе аккредитации, будет размещена в ФГИС ФСА (без указания результатов МСИ).

В соответствии с требованиями критериев аккредитации Провайдеров МСИ все организации-участники МСИ были проинформированы Провайдером о сроках проведения испытаний, сроках и формах представления результатов измерений (испытаний), способе транспортировки образцов.

После обработки полученных опросных листов-заявок на участие в настоящем раунде МСМ, поступивших от организаций, был сформирован финальный список ИЛ-участников (отделов, групп, участков) МСИ по кон-

тролю качества измерений твердости (твердость по Роквеллу шкалы В и С, твердость по Виккерсу), представленный в таблице 1.

Таблица 1 – Участники МСИ по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021»

№ п.п.	Название организации, ИЛ-участника	Номер письма-заявки организации	Вид испытаний		
			Роквелл, шкала		Виккерс
			С	В	
1	2	3	4	5	6
Комплект ОК I (ОК-РС-1, ОК-РВ-4 и ОК-В-5)					
1	ПАО «Машиностроительный завод «ЗиО-Подольск» (АО «ЗиО-Подольск»), Испытательный центр Центра лабораторных испытаний материалов	Исх. № 34/14729-563 от 12.10.2021	+	+	+
2	ФГУП «Горно-Химический Комбинат» (ФГУП «ГХК»), Лаборатория №3 материаловедения, группа коррозии	Исх. №212-24-04-08/3062-Е от 14.09.2021	+	+	+
3	Филиал АО «Концерн Росэнергоатом» «Смоленская атомная станция» (Смоленская АЭС), отдел дефектоскопии металлов и технического контроля, группа лабораторных методов контроля	Исх. № 9/Ф08/165730 от 15.10.2021	+	+	+
4	Акционерное общество «Сибирский химический комбинат» (АО «СХК»), лаборатория металловедения отдела Главного Механика, группа разрушающего контроля	Исх. № 11-03/100824-ВК от 28.09.2021	+	+	+
5	Волгодонский филиал Акционерного общества «Инжиниринговая компания «АЭМ-технологии» (Филиал АО «АЭМ-технологии» «Атоммаш» в г. Волгодонск), ЦЗЛ	Исх. № ВФ/020000/8436 от 19.10.2021	+	+	+
6	Волгодонский филиал Акционерного общества «Инжиниринговая компания «АЭМ-технологии» (Филиал АО «АЭМ-технологии» «Атоммаш» в г. Волгодонск), ЦЗЛ	Исх. № ВФ/020000/8436 от 19.10.2021	-	-	+
7	Публичное акционерное общество «Новосибирский завод химконцентратов» (ПАО «НЗХК»), ЦЗЛ, лаборатория № 4	Исх. № 21/38/8439 от 30.09.2021	+	+	+
8	АО «Государственный научный центр – Научно-исследовательский институт атомных реакторов» (АО «ГНЦ НИИАР»), контрольно-измерительный участок (КИУ) ОЭС	Исх. № 64-1000/12239 от 20.10.2021	+	-	-
9	АО «Научно-исследовательский и конструкторский институт монтажной технологии - Атомстрой» (АО «НИКИМТ-Атомстрой»), лаборатория технологий разрушающего контроля	Исх. № 39-140/109090 от 22.10.2021	+	+	+

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6
10	«Нововоронежэнергоремонт» – филиал АО «Атомэнергоремонт», отдел дефектоскопии металлов и технического контроля, лаборатория металлов	Исх. № 31-21-1/32080 от 07.10.2021	+	+	+
11	ФГУП «Российский Федеральный Ядерный Центр-Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики им. ак. Е.И. Забабахина» (ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. ак. Е.И. Забабахина»), испытательная лаборатория № 157, испытательная группа № 2	Исх. № 194-1-00-14/25145 от 04.10.2021	+	+	+
12	Филиал АО «Концерн Росэнергоатом» «Калининская атомная станция», отдел дефектоскопии металлов и технического контроля, группа металловедения	Исх. № 9/Ф04101106/161014 от 07.10.2021	+	+	+
13	АО «Владимирское производственное объединение «Точмаш» (АО «ВПО «Точмаш»), ЦЗЛ, механическая лаборатория	Исх. № 17-51.36-23/10570 от 22.10.2021	+	+	+
14	АО «Владимирское производственное объединение «Точмаш» (АО «ВПО «Точмаш»), ЦЗЛ, металлографическая лаборатория	Исх. № 17-51.36-23/10570 от 22.10.2021	+	+	+
15	Акционерное общество «Атомтрубопроводмонтаж» (АО «АТМ»), лаборатория разрушающего контроля	Исх. № АТМ-ИСХ-0331 от 14.02.2022	+	+	+
16	Акционерное общество «НИИЭФА им. Д.В. Ефремова», НИЭЛМ НТЦ «СИНТЕЗ»	Исх. № 222-4.1-13/336 от 12.08.2022	-	+	-
Комплект ОК II (ОК-РС-2 и ОК-В-6)					
17	АО «Институт реакторных материалов» (АО «ИРМ»), отделение радиационного материаловедения, лаборатория конструкционных материалов и нанотехнологий	Исх. № 61-2-03/3541 от 21.10.2021	+	+	+
18	АО «Институт реакторных материалов» (АО «ИРМ»), отделение радиационного материаловедения, лаборатория перспективных материалов	Исх. № 61-2-03/3541 от 21.10.2021	-	-	+
19	ФГУП «Производственное объединение «Маяк» (ФГУП «ПО «МАЯК») ЦЗЛ, лаборатория специального материаловедения	Исх. № 193-5-5.2/22086 от 12.10.2021	+	-	+
20	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова» (ФГУП «ВНИИА»), лаборатория металлов, сплавов и магнитных материалов	Исх. № Т0075-17/126-2021 от 26.10.2021	+	-	+

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6
21	Акционерное общество ОКБ «ГИДРОПРЕСС», отдел исследования материалов и конструкций, группа материаловедения и разрушающего контроля материалов	Исх. № 044-500-05/252 от 28.09.2021	+	-	+
22	Филиал АО «Концерн Росэнергоатом» «Балаковская атомная станция» (Балаковская АЭС), отдел дефектоскопии металлов и технического контроля, группа металловедения	Исх. № 9/Ф010103/163014 от 12.10.2021	+	-	+
23	Филиал АО «Концерн Росэнергоатом» «Ленинградская атомная станция» (Ленинградская АЭС), отдел дефектоскопии металлов и технического контроля, лаборатория коррозии и металлофизики	Исх. № 9/Ф09/165322 от 15.10.2021	+	-	+
24	АО «ОКБМ Африкантов», ЦЗЛ, отдел экспериментальной прочности, систем диагностики и металлографических исследований	Исх. № 41-11.10/26111-130 от 11.11.2021	+	-	+
25	Акционерное общество «Завод энергетического оборудования Энергопоток», ЦЗЛ	Исх. № 147 от 22.06.2022	+	-	-
26	ООО «НУЦ «Качество», Испытательная лаборатория	Исх. № 1114 от 21.07.2022 г	-	-	+
27	Федеральное государственное унитарное предприятие «Комбинат «Электрохимприбор» (ФГУП «Комбинат «Электрохимприбор»), ССЛ, лаборатория металловедения №12, группа металловедения	Исх. №191-050-011340 от 09.09.2021	+	-	+
28	Акционерное общество «Центральное конструкторское бюро машиностроения» (АО «ЦКБМ»), лаборатория неразрушающих и разрушающих методов контроля 353, участок механических испытаний	Исх. № 37-017-353/9062 от 21.09.2021	+	-	+
29	Акционерное общество «Научно-производственное объединение «Центральный научно-исследовательский институт технологии машиностроения» (ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ»), испытательный центр «ЦНИИТМАШ-АНАЛИТИКА-ПРОЧНОСТЬ», лаборатория ресурсных испытаний	Исх. № 234-2/8663 от 29.09.2021	+	-	+
30	Петрозаводский филиал Акционерного общества «Инжиниринговая компания «АЭМ-технологии» (Филиал АО «АЭМ-технологии» «Петрозаводскмаш» в г. Петрозаводск), ЦЗЛ	Исх. № 12.05/6195 от 23.09.2021	+	-	+

4 Заявление о конфиденциальности

В соответствии с критериями аккредитации деятельность Провайдера основана на принципах конфиденциальности.

Результаты испытаний, идентификационный номер лаборатории-участника (шифр лаборатории) известны только самому участнику и ограниченному кругу лиц из числа сотрудников Провайдера.

5 Выбор методик, объектов испытаний и определяемых (контролируемых) показателей

В результате анализа опросных листов и заявок на участие от лабораторий (отделов, участков, групп) организаций-участников МСИ был установлен перечень методик измерений (испытаний), которые, согласно заданию на измерения (приложение А), использовали участники МСИ для оценки каждого контролируемого показателя каждого вида ОК соответственно:

- ГОСТ 9013-59 (ИСО 6508-86) Межгосударственный стандарт. Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу;
- ГОСТ 2999-75 (СТ СЭВ 470-77) Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу (с Изменениями N 1, 2);
- ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 Национальный стандарт Российской Федерации. Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения.

Выбор вышеуказанных методик измерений (испытаний) основывался на действующей нормативной и методической документацией в области использования атомной энергии (ГОСТы и ОСТы, ТУ на продукцию и другие РД, разработанные для АЭС и применяемые во всех испытательных лабораториях контура организаций Госкорпорации «Росатом»).

В соответствии с вышеуказанными методиками установлены:

- 1) Перечень контролируемых характеристик (показателей) и диапазоны их измерений:

- твердость по Роквеллу шкала С в диапазоне измерений 20 – 70 HRC,
- твердость по Роквеллу шкала В в диапазоне измерений 20 – 100 HRB,
- твердость по Виккерсу в диапазоне измерений 100 – 800 HV при нагрузках 5, 10 и 30 кгс.

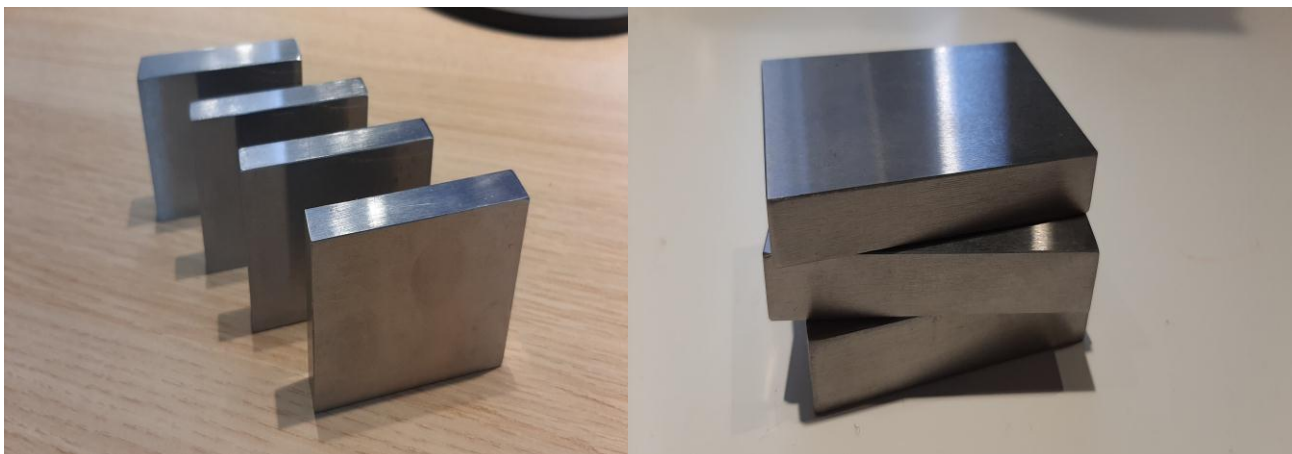
2) Виды объектов испытаний (виды ОК) и технические требования к ним – меры твердости по Роквеллу (шкалы С и В) и по Виккерсу (при различных нагрузках), изготовленные в соответствии с ГОСТ 9031-75.

6 Разработка образцов для контроля. Обеспечение однородности и стабильности ОК

В качестве ОК при проведении МСИ по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021» были использованы приобретенные в ООО «ЦЕНТР «МЕТ» комплекты образцов, предназначенные для разных методов измерений:

- меры твердости для измерений по Роквеллу шкала С: МЕТ 05 № 8342-26,4 HRC, МЕТ 05 № 8504-42,7 HRC, МЕТ 05 № 8578-62,0 HRC,
- мера твердости для измерений по Роквеллу шкала В: МЕТ 05 № 8386-95,7 HRB,
- меры твердости для измерений по Виккерсу при различных нагрузках: МЕТ 05 № 982-431 HV5, МЕТ 05 № 1004-802 HV10, МЕТ 05 № 1014-434 HV30.

Каждый ОК представляет собой плитку прямоугольной формы размером 60x40x10 мм с одной рабочей поверхностью, изготовленную из легированной стали в соответствии с требованиями ГОСТ 9031-75 «Меры твердости образцовые. Технические условия». Фотографии всех ОК представлены на рисунке 1.



а)

б)

Рисунок 1 – Внешний вид ОК, предназначенных для контроля твердости а) по Роквеллу шкалы С и В, б) по Виккерсу

Каждому ОК выдан Паспорт, содержащий информацию с характеристиками ОК, заключение о пригодности каждого экземпляра, а также свидетельство о поверке, выданное ООО «ЦЕНТР «МЕТ» (регистрационный номер в реестре аккредитованных лиц RA.RU.311930).

Основными требованиями к ОК являлись требования, предъявляемые к однородности микроструктур их материалов, то есть к максимальной приближенности химического состава и свойств образцов, соответственно, относительно рабочей поверхности каждого ОК. Однородность структуры и свойств каждого ОК обеспечена процедурой его изготовления в соответствии с ГОСТ 9031-75 и подтверждена паспортными данными и свидетельствами о поверке, выданных ООО «ЦЕНТР «МЕТ».

Для реализации настоящих МСИ проверка квалификации ИЛ-участников МСИ осуществлялась по последовательной схеме рассылки одних и тех же ОК. Поэтому для данной схемы реализации МСИ проверка образцов на однородность и стабильность не требовалась.

Время проведения МСИ не влияло на стабильность ОК.

7 Установление опорных значений (аттестация) ОК

Дополнительная аттестация используемых ОК не проводилась. За опорные значения каждого контролируемого в рамках МСИ показателя с погрешностью его определения были приняты приписные значения, установленные в паспортах на соответствующие ОК и представленные в таблице 2.

Таблица 2 – Опорные значения контролируемых показателей объектов испытаний в рамках МСИ по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021»

Объект испытаний (мера твердости)	Номер и дата действия свидетельства о поверке	Определяемая характеристика	Методика измерений	Единицы измерения	Аттестованное значение ¹⁾	Абсолютная суммарная погрешность аттестованного значения при P=0,95
МЕТ 05 № 8342-26,4 HRC	№2/03685-21 до 05.05.2023	твердость по Роквеллу шкала С	ГОСТ 9013-59	HRC	26,4	±0,4
МЕТ 05 № 8504-42,7 HRC	№2/03719-21 до 06.05.2023				42,7	±0,2
МЕТ 05 № 8578-62,0 HRC	№2/03733-21 до 09.05.2023				62,0	±0,25
МЕТ 05 № 8386-95,7 HRB	№2/03696-21 до 06.05.2023	твердость по Роквеллу шкала В		HRB	95,7	±0,35
МЕТ 05 № 982-431 HV5 (для нагрузки 5 кгс)	№203726-21 до 05.05.2023	твердость по Виккерсу	ГОСТ 2999-75 (ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007)	HV5	431	±5,75
МЕТ 05 № 1004-802 HV10 (для нагрузки 10 кгс)	№2/04055-21, до 06.05.2023			HV10	802	±10,4
МЕТ 05 № 1014-434 HV30 (для нагрузки 30 кгс)	№2/04060-21 до 09.05.2023			HV30	434	±4,7
Примечание: 1) Аттестованные значения контролируемых показателей объектов испытаний установлены при следующих значениях влияющих факторов: температура испытаний от 22,2 до 22,5 °С, относительная влажность от 59,5 до 62,5 %						

Прослеживаемость опорных значений к государственным первичным эталонам ГЭТ 31-2010 «Государственный первичный специальный эталон твердости металлов по шкалам Виккерса» и ГЭТ 30-2018 «Государственный первичный эталон твердости по шкалам Роквелла и супер-Роквелла» реали-

зуется посредством использования поверенных средств измерений через неразрывную цепь поверок в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений твердости по шкалам Виккерса ГОСТ 8.063-2012 и по шкалам Роквелла и супер-Роквелла ГОСТ 8.064-94 соответственно и обеспечивается применением своевременно поверенных средств измерений.

8 Шифрование, упаковка и рассылка ОК

Все ОК были зашифрованы Провайдером.

Для этого заводская маркировка на каждом образце была удалена и на торцевой поверхности каждого ОК дополнительно было выгравировано его новое обозначение, например, «ОК-РС-1».

Соответствие маркировки мер твёрдости представлено в таблице 3.

Таблица 3 – Шифры объектов испытаний в рамках МСИ по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021»

№ п/п	Маркировка производителя	Новая маркировка
1	МЕТ 05 № 8342-26,4 HRC	ОК-РС-1
2	МЕТ 05 № 8504-42,7 HRC	ОК-РС-2
3	МЕТ 05 № 8578-62,0 HRC	ОК-РС-3
4	МЕТ 05 № 8386-95,7 HRB	ОК-РВ-4
5	МЕТ 05 № 982-431 HV5	ОК-В-5
6	МЕТ 05 № 1004-802 HV10	ОК-В-6
7	МЕТ 05 № 1014-434 HV30	ОК-В-7

Согласно Программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021» межлабораторный эксперимент предполагалось реализовать по последовательной схеме рассылки одних и тех же ОК. Но, ввиду большого объема присланных от ИЛ-участников заявок на МСИ по контролю твердости и с целью оптимизации процедуры рассылки ОК, Провайдером было принято решение о разделении всех ИЛ-участников на группы, а ОК – на комплекты, состоящие из образцов по каждому виду измерений, которые были заявлены в опросных листах ИЛ. То есть, группа ИЛ, указавшая в заявке измерения твёрдости по Роквеллу

(шкалы С и В) и по Виккерсу, в последовательном порядке получала комплект ОК I, состоящий из ОК-РС-1, ОК-РВ-4 и ОК-В-5. А группа ИЛ, указавшая в заявке измерения твёрдости по Роквеллу (шкала С) и по Виккерсу, в последовательном порядке получала комплект ОК II, состоящий из ОК-РС-2 и ОК-В-6. Комплект ОК III, состоящий из ОК-РС-3 и ОК-В-7, был сформирован как резервный и в рассылке по ИЛ не участвовал.

Для сохранения внешнего вида, исключения механических повреждений и загрязнений, а главное, для исключения какой-либо возможности изменения контролируемых параметров каждый комплект ОК был помещен в герметичный металлический футляр, гарантированно защищающий ОК от любого рода повреждений, коррозии и от воздействия атмосферных явлений. Каждый футляр маркирован соответствующей этикеткой (рисунок 2).

Шифрованные и упакованные Провайдером комплекты ОК вместе с сопроводительной документацией (сопроводительные письма, задание на проведение измерений, транспортные накладные) рассылались в адреса ИЛ-участников МСИ.



Рисунок 2 – Упаковка комплектов ОК для рассылки

Организацию рассылки по договору с Провайдером МСИ осуществляла транспортно-логистическая компания «Московская служба доставки «Новый партнер».

9 Меры по предотвращению сговора участников МСИ и фальсификации результатов МСИ

Во исполнение требований критериев аккредитации в процессе рассылки комплектов заготовок для ОК и сопроводительной документации ИЛ-участники МСИ были предупреждены о том, что во избежание искажения общего результата проводимых МСИ результаты испытаний лабораторий, подозреваемых в сговоре, не будут принимать участие в общем статистическом исследовании, а данные об этих лабораториях будут переданы Заказчику МСИ (Госкорпорации «Росатом»).

Лица, проводившие измерения, несли личную ответственность за фальсификацию и распространение полученных данных.

За время проведения МСИ по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021» Провайдером была обеспечена полная конфиденциальность результатов испытаний и идентификационных номеров (шифров) ИЛ-участников МСИ. Эти сведения были известны только ограниченному кругу лиц из числа сотрудников Провайдера МСИ. За время проведения МСИ у Провайдера не возникло подозрений о сговоре между испытательными лабораториями и подозрений о фальсификации полученных результатов. Поэтому анализу подвергались все заявленные испытательные лаборатории.

10 Проведение испытаний по контролю качества измерений твердости

Согласно заданию на проведение измерений, каждая из заявленных ИЛ-участников провела следующие процедуры:

1) при температуре испытаний 20_{-10}^{+15} °С и относительной влажности воздуха от 25 до 80 % выполнила серии (по 5 раз) измерений твердости:

- на образцах ОК-РС-1 или ОК-РС-2 по Роквеллу (шкала С) по ГОСТ 9013-59;

- на образце ОК-РВ-4 по Роквеллу (шкала В) по ГОСТ 9013-59;

- на образцах ОК-В-5 или ОК-В-6 по Виккерсу при нагрузках 5 или 10 кгс соответственно по ГОСТ 2999-75 или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007;

2) выполнила расчёты средних арифметических значений результатов параллельных измерений каждого контролируемого показателя каждого типа ОК;

3) выполнила расчеты доверительного интервала суммарной погрешности ($\pm\Delta$) измерений каждого контролируемого параметра каждого типа ОК применительно к собственным условиям испытаний при доверительной вероятности не менее 0,95 или при расширенной неопределенности с коэффициентом $k=2$;

4) оформила результаты испытаний в Протоколы установленной формы (приложение 1 Задания на проведение измерений).

После получения комплектов ОК некоторые ИЛ-участники по субъективным причинам частично отказались от некоторых измерений, предусмотренных данным раундом МСИ. Например, две лаборатории не имели требуемой технической возможности для проведения измерений по Виккерсу при нагрузках 5 или 10 кгс, так как в наличии у этих лабораторий были твердомеры, работающие при нагрузках от 100 кгс и более.

11 Формы предоставления результатов измерений участниками МСИ

Результаты измерений, полученные ИЛ-участниками, были представлены в виде протоколов испытаний по утвержденной форме, установленной в Задании на проведение измерений. ИЛ-участник, аккредитованная в национальной системе «Росаккредитация (например, АО «АТМ»)), дополнительно представляла протокол, соответствующий утвержденной форме.

Для ИЛ-участника, представившего несколько независимых результатов испытаний, полученных в разных лабораториях (участках), по разными методикам и на разном оборудовании (например, АО «ВПО «Точмаш»)), каж-

дый результат считался независимым и ему присваивался свой идентификационный номер.

Протоколы испытаний были направлены строго в адрес Провайдера МСИ – АО «ВНИИНМ», директору научно-исследовательского метрологического отделения Горшкову Владимиру Борисовичу по ЕОСДО или e-mail: VBGorshkov@bochvar.ru.

12 Анализ результатов испытаний, проведенных ИЛ. Статистическая обработка представленных данных

12.1 Критерии характеристик функционирования ИЛ, методы статистического анализа результатов МСИ

Обработка полученных результатов производилась в соответствии с требованиями и с использованием алгоритмов, описанных в «Положении об организации и проведении межлабораторных сличительных испытаний в организациях Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом», утвержденным приказом Госкорпорации «Росатом» от 01.11.2017 № 1/1074-П, а также в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50779.60-2017 (ISO13528:2015), ГОСТ ISO/IEC 17043, ГОСТ Р ИСО 5725.

Представленные ИЛ-участниками МСИ в протоколах испытаний результаты измерений на первом этапе подверглись визуальному анализу. Этот анализ проведен для подтверждения ожидаемого распределения результатов, а также для выявления аномалий.

Оценка качества каждого из результатов измерений определяемых параметров каждого типа ОК, проведенных ИЛ-участниками МСИ по методикам и Заданию на проведение измерений, проводилась с учетом установленного опорного (аттестованного) значения ОК с использованием критерия z-индекса по формуле

$$Z=(X_i-A)/\sigma(\Delta_{OK}), \quad (1)$$

где X_i – результат измерений соответствующей лаборатории;

A – аттестованное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_{\text{ОК}})$ – среднее квадратическое отклонение погрешности МВИс, в данном случае – среднее квадратическое отклонение погрешности опорного (аттестованного) значения ОК, рассчитанное как $\Delta_{\text{ОК}}/1,96$.

Заключения о качестве результатов измерений контролируемого объекта по каждому определяемому показателю делались на основе сравнения значения $|z|$ с установленными нормативами контроля:

- при $|z| \leq 2$ качество результатов измерений признается удовлетворительным;
- при $2 < |z| \leq 3$ качество результатов измерений признается сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;
- при $|z| > 3$ качество результатов измерений признается неудовлетворительным.

В случаях отсутствия у Провайдера уверенности в правильности оценки опорного (аттестованного) значения ОК, анализ качества результатов измерений определяемых параметров проводился по параметру межлабораторной совместимости результатов с использованием критерия h -статистики Манделя по формуле

$$h_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{\bar{X}}_{ij}}{\sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (\bar{X}_i - \bar{\bar{X}}_{ij})^2}}, \quad (2)$$

где \bar{X}_i - результат измерений каждой лаборатории,

$\bar{\bar{X}}_{ij}$ - среднее значение результатов измерений по всем лабораториям. Значения статистик сравнивались с табулированными значениями для 95% и 99% уровней доверия (или 5 % и 1 % критическими значениями соответственно) в соответствии с таблицами 6 и 7 ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Если результат i -лаборатории $h_i \leq h(0,05)$, результат признавался удовлетворительным.

Если результат i -лаборатории $h(0,05) < h_i \leq h(0,01)$, результат признавался сомнительным.

Если результат i -лаборатории $h_i > h(0,01)$, результат признается неудовлетворительным, выполненным с грубым нарушением.

Предварительно, перед анализом межлабораторной совместимости результатов с использованием критерия h -статистики, каждый результат был исследован с помощью критерия Граббса (3) при уровне доверия 95 % в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2 для исключения подозрений в том, что этот результат являлся «грубым промахом». Оценку по этой процедуре проводили с использованием стандартного отклонения всех участников, включая возможные выбросы, по

$$G_I = |X_{max} - X_{cp}| / S < Gt \quad \text{или} \quad G_I = |X_{cp} - X_{min}| / S < Gt, \quad (3)$$

где Gt – табличное значение критического значения критерия Граббса при заданной вероятности (или уровне значимости q , %), и количестве измерений n (таблица 5 ГОСТ Р ИСО 5725-2).

G_I – рассчитанное значение.

Очевидные «грубые промахи» (статистические выбросы) были удалены из итоговых статистик и последующих расчетов.

12.2 Анализ результатов МСИ

Визуальный анализ результатов измерений ИЛ-участников МСИ по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021» относительно опорного (аттестованного) значения контролируемого показателя каждого ОК представлен на рисунках 3-7.

Визуальный анализ результатов измерений механических свойств образцов по показателям твердости (твердость по Роквеллу шкалы В и С, твердость по Виккерсу) не подтвердил ожидаемого распределения результатов,

полученных от ИЛ, относительно опорных (аттестованных) значений контролируемых показателей объектов испытаний (ОК).

Результаты анализа после статистической обработки результатов измерений объектов испытаний по показателям твердости с использованием критерия z-индекса (1) показали, что результаты измерений практически всех ИЛ либо сомнительны, либо являются аномалиями (таблицы 4-8). То есть оценка характеристик функционирования ИЛ относительно опорных (аттестованных) значений соответствующих ОК не была возможна.

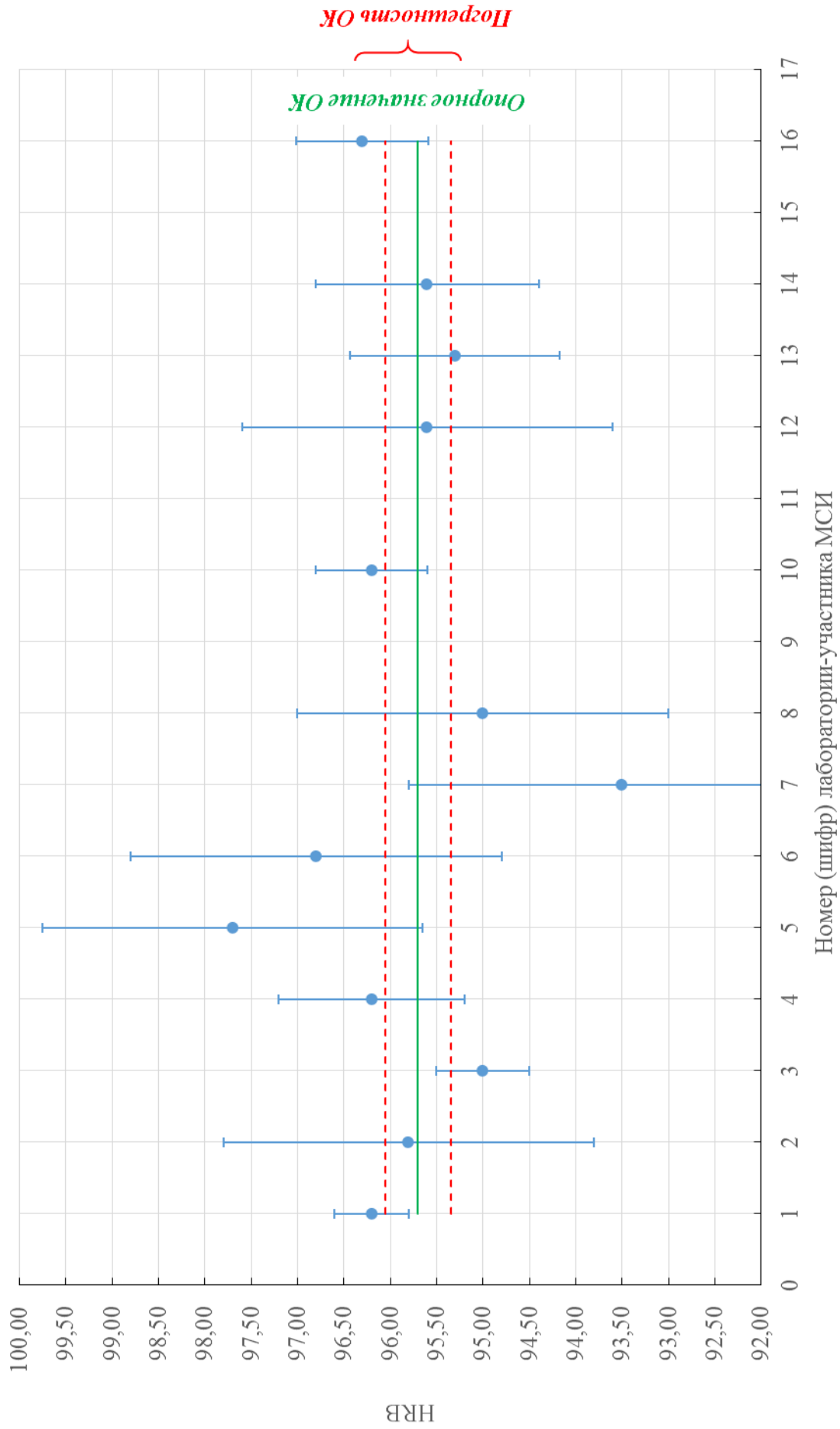


Рисунок 3 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала В) образца ОК-РВ-4 по ГОСТ 9013-59 относительно опорного (аттестованного) значения контролируемого параметра

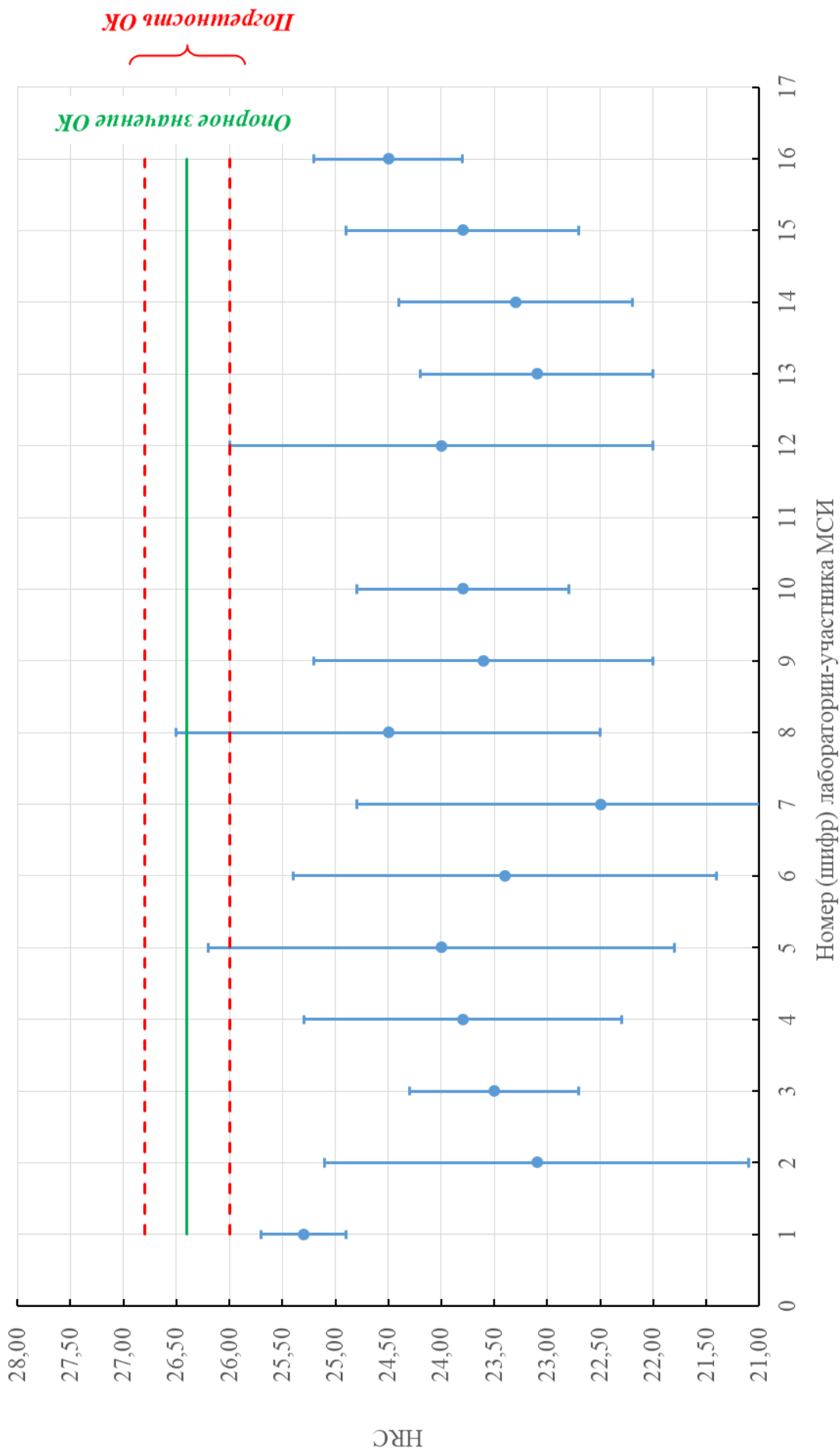


Рисунок 4 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала С) образца ОК-РС-1 по ГОСТ 9013-59 относительно опорного (аттестованного) значения контролируемого параметра

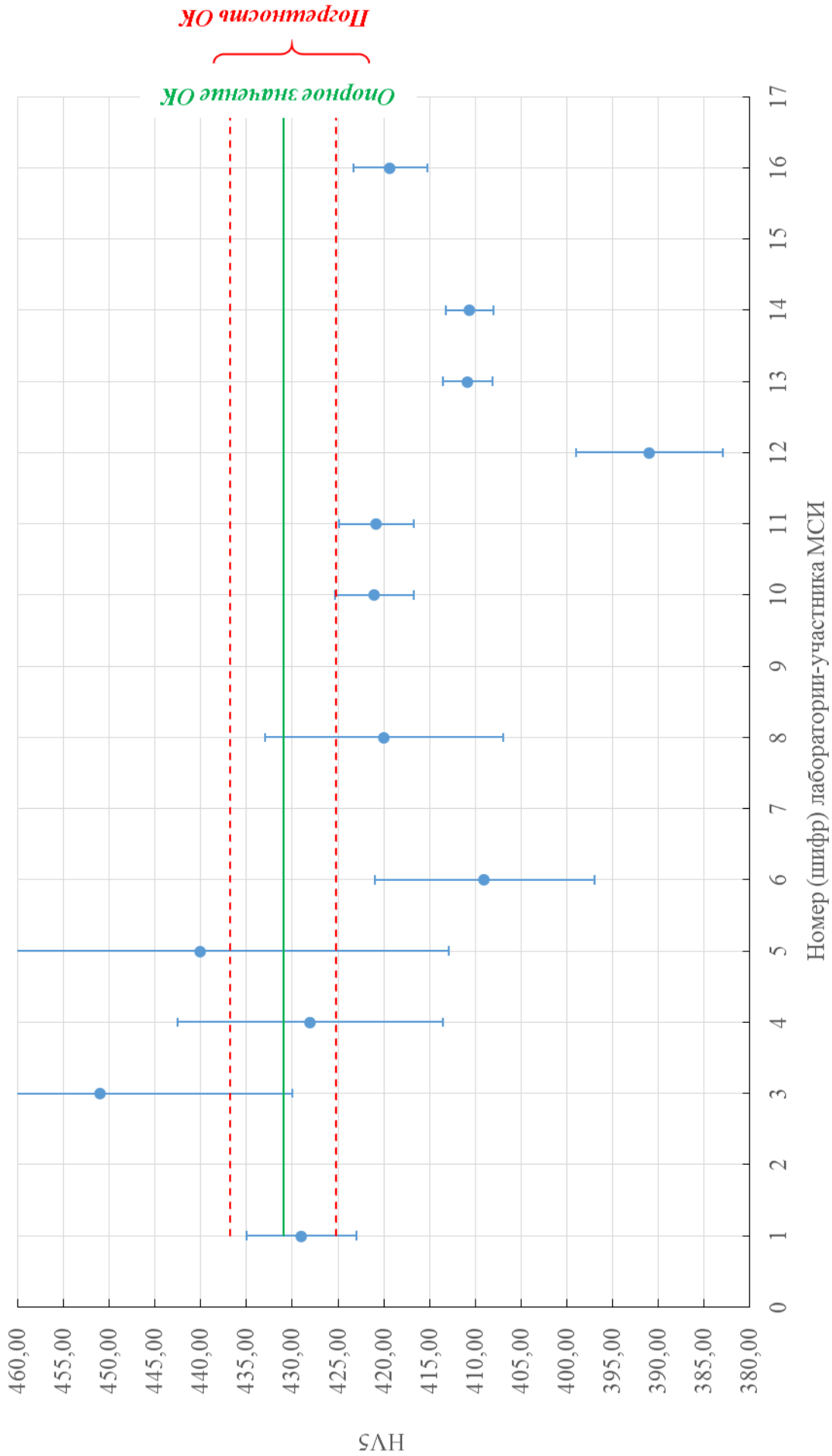


Рисунок 5 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Виккерсу образца ОК-В-5 по ГОСТ 2999-75 (СТ СЭВ 470-77) или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 относительно аттестованного значения контролируемого параметра

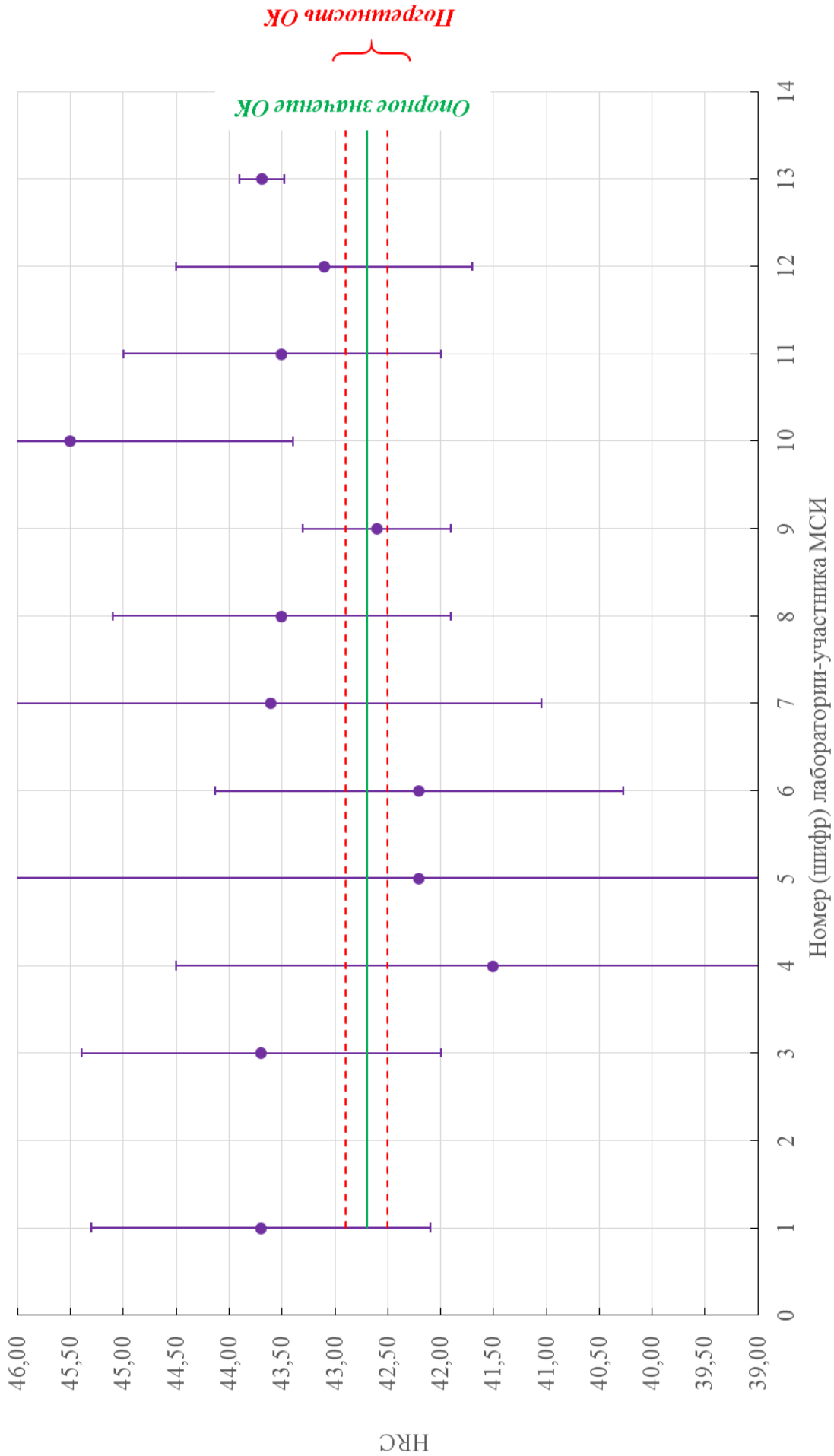


Рисунок 6 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала С) образца ОК-РС-2 по ГОСТ 9013-59 относительно опорного (аттестованного) значения контролируемого параметра

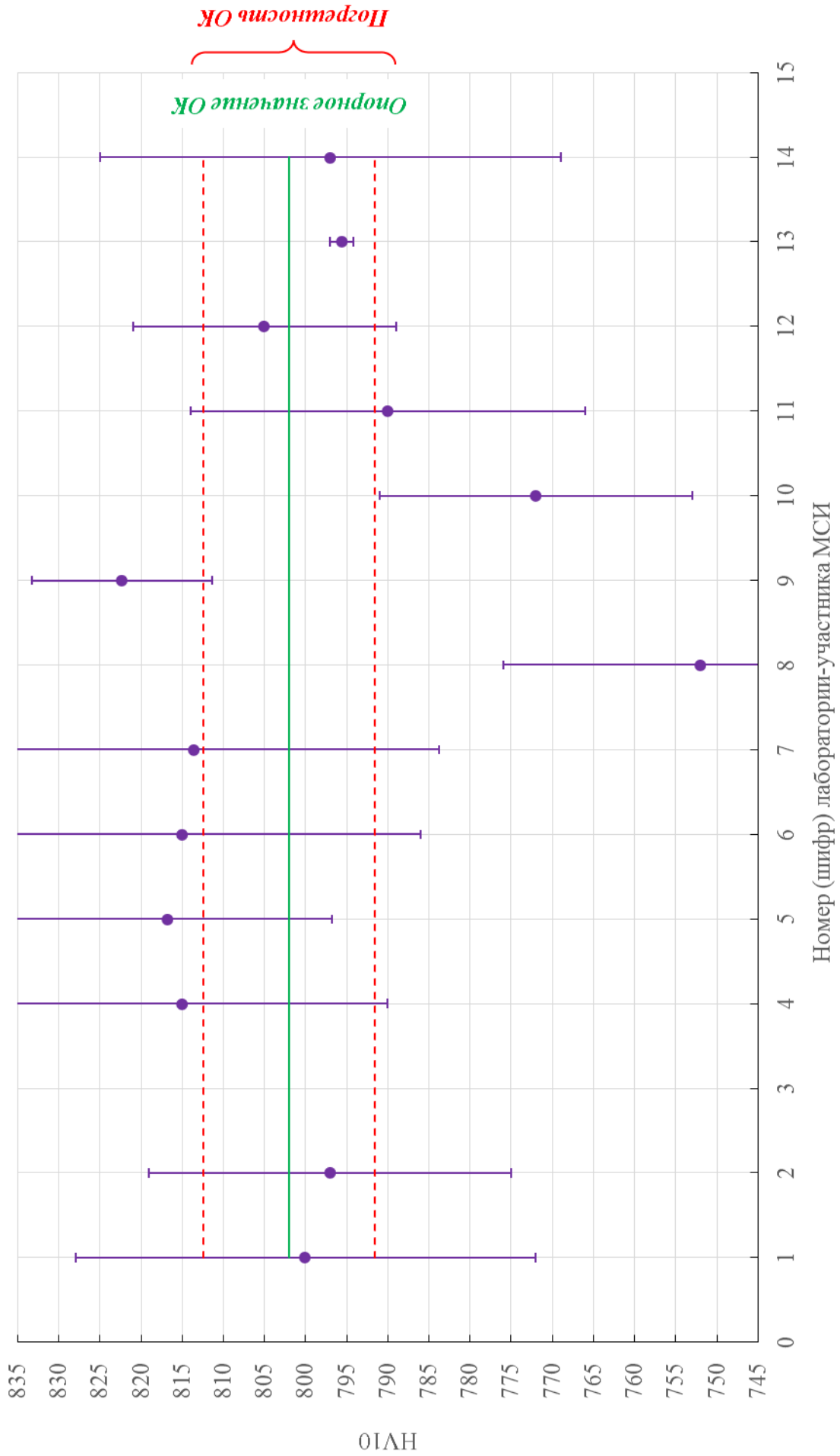


Рисунок 7 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Виккерсу образца ОК-В-6 по ГОСТ 2999-75 или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 относительно опорного (аттестованного) значения контролируемого параметра

Поэтому Провайдером было принято решение провести анализ качества результатов измерений механических свойств всех образцов (по всем показателям твердости) по параметру межлабораторной совместимости результатов с использованием критерия h -статистики Манделя по (2).

Принципиальным отличием использования критерия h -статистики являлось то, что оценка результатов измерений ИЛ-участников МСИ проводилась не относительно опорного (аттестованного) значения, а относительно среднего результата измерений всех лабораторий и среднего квадратического отклонения результатов всех лабораторий. Для 16-и ИЛ-участников МСИ табулированные значения для 99 % и 95% уровней доверия (таблицы 6 и 7 ГОСТ Р ИСО 5725-2) составили $h(0,01)=1,77$ и $h(0,05)=1,52$ соответственно, для 14-ти ИЛ-участников МСИ табулированные значения для 99 % и 95% уровней доверия – $h(0,01)=1,76$ и $h(0,05)=1,52$ соответственно.

Результаты анализа после статистической обработки результатов измерений объектов испытаний по показателям твердости с использованием критерия h -индекса (2) представлены в таблицах 4-8.

Предварительно каждый результат предварительно был исследован с помощью критерия Граббса (3) на «грубый промах» (статистический выброс).

Визуальный анализ межлабораторной совместимости результатов измерений твердости относительно средних значений контролируемых показателей каждого ОК представлен на рисунках 8-12.

Таблица 4 – Оценка характеристики функционирования ИЛ-участников МСИ по результатам измерений твердости по Роквеллу шкала В (ОК-РВ-4) с использованием расчета z- и h- индексов

Шифр ИЛ-участника	Результат измерения ИЛ-участника, HRB	Погрешность измерения ИЛ-участника, \pm HRB	Опорное (аттестованное) значение $A \pm \Delta$, HRB	Среднее значение по выборке, HRB	СКО выборки, HRB	z-индекс	h-индекс
1	2	3	4	5	6	7	8
1	96,2	0,4	95,70 \pm 0,35	95,82	0,58	2,8 <i>в зоне предупреждения</i>	0,66
2	95,8	2				0,56	0,03
3	95	0,5				3,92 <i>неприемлемый</i>	1,42
4	96,2	1				2,8 <i>в зоне предупреждения</i>	0,66
5	97,7	2,05				<i>грубый промах</i>	
6	96,8	2,0				6,16 <i>неприемлемый</i>	1,70 <i>в зоне предупреждения</i>
7	93,5	2,3				<i>грубый промах</i>	
8	95,0	2,0				3,92 <i>неприемлемый</i>	1,42
10	96,2	0,6				2,8 <i>в зоне предупреждения</i>	0,66
12	95,6	2				0,56	0,38
13	95,30	1,13				2,24 <i>в зоне предупреждения</i>	0,90
14	95,6	1,2				0,56	0,38
16	96,3	0,71				3,36 <i>неприемлемый</i>	0,83

Таблица 5 – Оценка характеристики функционирования ИЛ-участников МСИ по результатам измерений твердости по Роквеллу шкала С (ОК-РС-1) с использованием расчета z- и h- индексов

Шифр ИЛ-участника	Результат измерения ИЛ-участника, HRC	Погрешность измерения ИЛ-участника, ±HRC	Опорное (аттестованное) значение $A \pm \Delta$, HRC	Среднее значение по выборке, HRC	СКО выборки, HRC	z-индекс	h-индекс
1	25,3	0,4	26,4±0,4	23,75	0,68	5,39 <i>неприемлемый</i>	2,28 <i>неприемлемый</i>
2	23,1	2				16,17 <i>неприемлемый</i>	0,95
3	23,5	0,8				14,21 <i>неприемлемый</i>	0,36
4	23,8	1,5				12,74 <i>неприемлемый</i>	0,08
5	24,0	2,2				11,76 <i>неприемлемый</i>	0,37
6	23,4	2,0				14,7 <i>неприемлемый</i>	0,51
7	22,5	2,3				19,11 <i>неприемлемый</i>	1,76 <i>в зоне предупреждения</i>
8	24,5	2,0				9,31 <i>неприемлемый</i>	1,11
9	23,6	1,6				13,72 <i>неприемлемый</i>	0,22
10	23,8	1,0				12,74 <i>неприемлемый</i>	0,08
12	24,0	2				11,76 <i>неприемлемый</i>	0,37
13	23,1	1,1				16,17 <i>неприемлемый</i>	0,95
14	23,3	1,1				15,19 <i>неприемлемый</i>	0,66
15	23,8	1,1				12,74 <i>неприемлемый</i>	0,08
16	24,5	0,7				9,31 <i>неприемлемый</i>	1,11

Таблица 6 – Оценка характеристики функционирования ИЛ-участников МСИ по результатам измерений твердости по Роквеллу шкала С (ОК-РС-2) с использованием расчета z- и h- индексов

Шифр ИЛ-участника	Результат измерения ИЛ-участника, HRC	Погрешность измерения ИЛ-участника, ±HRC	Опорное (аттестованное) значение A±Δ, HRC	Среднее значение по выборке, HRC	СКО выборки, HRC	z-индекс	h-индекс
1	43,7	1,6	42,7±0,2	43,23	1,03	9,80 <i>неприемлемый</i>	0,45
3	43,7	1,7				9,80 <i>неприемлемый</i>	0,45
4	41,5	3				11,76 <i>неприемлемый</i>	1,69 <i>в зоне предупреждения</i>
5	42,2	5,31				4,90 <i>неприемлемый</i>	1,00
6	42,2	1,93				4,90 <i>неприемлемый</i>	1,00
7	43,6	2,55				8,82 <i>неприемлемый</i>	0,36
8	43,5	1,6				7,84 <i>неприемлемый</i>	0,26
9	42,6	0,7				0,98	0,62
10	45,5	2,1				27,44 <i>неприемлемый</i>	2,21 <i>неприемлемый</i>
11	43,5	1,5				7,84 <i>неприемлемый</i>	0,26
12	43,1	1,4				3,92 <i>неприемлемый</i>	0,13
13	43,69	0,214				9,70 <i>неприемлемый</i>	0,45

Таблица 7 – Оценка характеристики функционирования ИЛ-участников МСИ по результатам измерений твердости по Виккерсу при нагрузке 5 кгс (ОК-В-5) с использованием расчета z- и h- индексов

Шифр ИЛ-участника	Результат измерения ИЛ-участника, HV5	Погрешность измерения ИЛ-участника, $\pm HV5$	Опорное (аттестованное) значение $A \pm \Delta$, HV5	Среднее значение по выборке, HV5	СКО выборки, HV5	z-индекс	h-индекс
1	429	6	431,00 \pm 5,75	420,88	15,47	0,68	0,53
3	451	21				6,82 <i>неприемлемый</i>	1,95 <i>неприемлемый</i>
4	428	14,5				1,02	0,46
5	440	27,13				3,07 <i>в зоне предупреждения</i>	1,24
6	409	12				7,50 <i>неприемлемый</i>	0,77
8	420	13				3,75 <i>неприемлемый</i>	0,06
10	421	4,28				3,41 <i>неприемлемый</i>	0,01
11	420,8	4,06				3,48 <i>неприемлемый</i>	0
12	391	8				13,63 <i>неприемлемый</i>	1,93 <i>неприемлемый</i>
13	410,8	2,7				6,89 <i>неприемлемый</i>	0,65
14	410,6	2,6				6,95 <i>неприемлемый</i>	0,66
16	419,3	4,06				3,99 <i>неприемлемый</i>	0,10

Таблица 8 – Оценка характеристики функционирования ИЛ-участников МСИ по результатам измерений твердости по Виккерсу при нагрузке 10 кгс (ОК-В-6) с использованием расчета z- и h- индексов

Шифр ИЛ-участника	Результат измерения ИЛ-участника, HV10	Погрешность измерения ИЛ-участника, \pm HV10	Опорное (аттестованное) значение $A \pm \Delta$, HV10	Среднее значение по выборке, HV10	СКО выборки, HV10	z-индекс	h-индекс
1	800	28	802,0 \pm 10,4	799,33	19,70	0,38	0,03
2	797	22				0,94	0,12
4	815	25				2,45 <i>в зоне предупреждения</i>	0,80
5	816,8	20				2,79 <i>в зоне предупреждения</i>	0,89
6	815	29				2,45 <i>в зоне предупреждения</i>	0,80
7	813,6	29,9				2,19 <i>в зоне предупреждения</i>	0,72
8	752	24				9,42 <i>неприемлемый</i>	2,40 <i>неприемлемый</i>
9	822,3	11,0				3,83 <i>неприемлемый</i>	1,17
10	772	19				5,65 <i>неприемлемый</i>	1,39
11	790	24				2,26 <i>в зоне предупреждения</i>	0,47
12	805	16				0,57	0,29
13	795,6	1,4				1,21	0,19
14	797	28				0,94	0,12

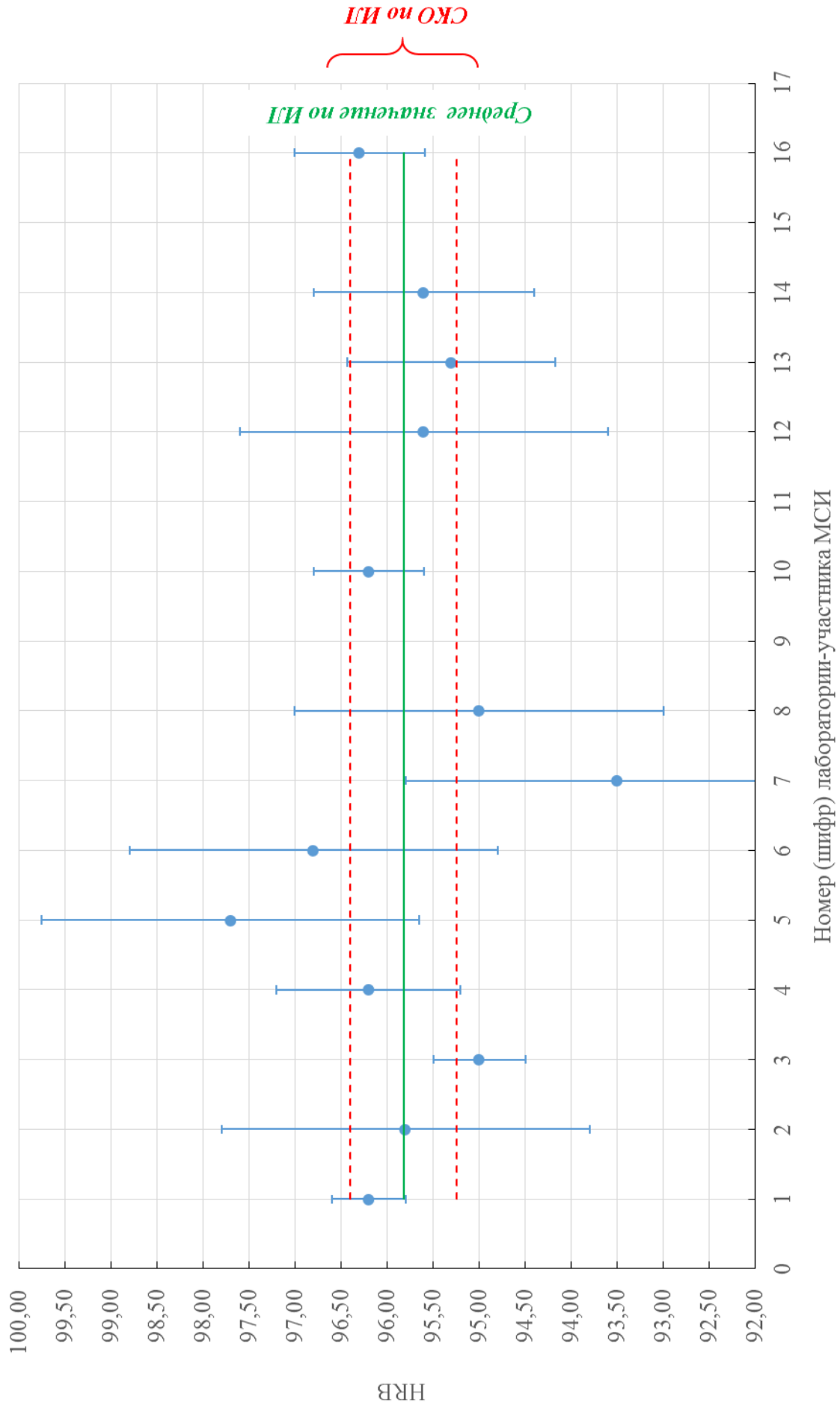


Рисунок 8 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала В) образца ОК-РВ-4 по ГОСТ ГОСТ 9013-59 относительно среднего значения контролируемого параметра (межлабораторная совместимость)

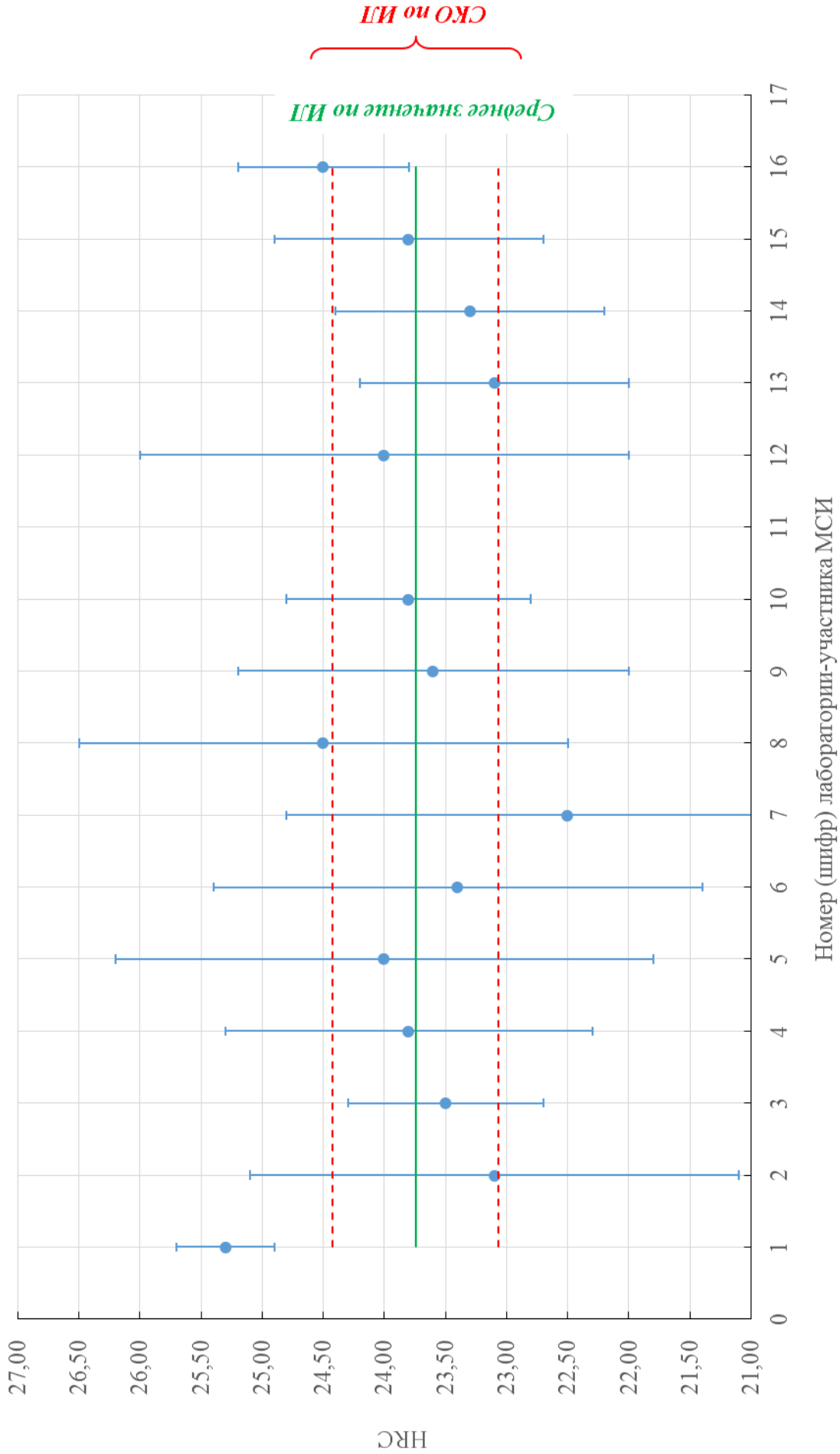


Рисунок 9 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала С) образца ОК-РС-1 по ГОСТ 9013-59 относительно среднего значения контролируемого параметра (межлабораторная совместимость)

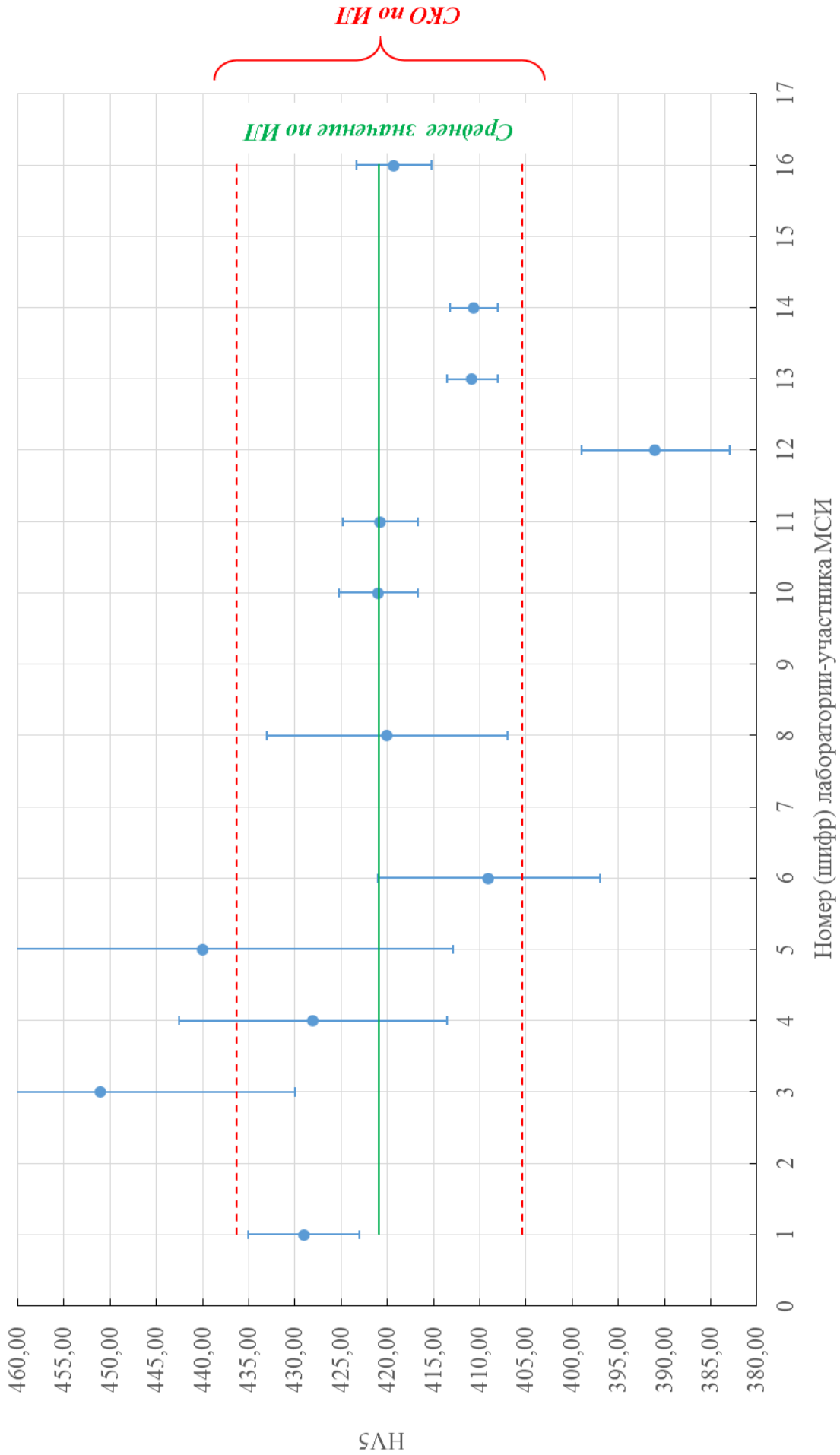


Рисунок 10 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Виккерсу образца ОК-В-5 по ГОСТ 29999-75 или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 относительно среднего значения контролируемого параметра (межлабораторная совместим)

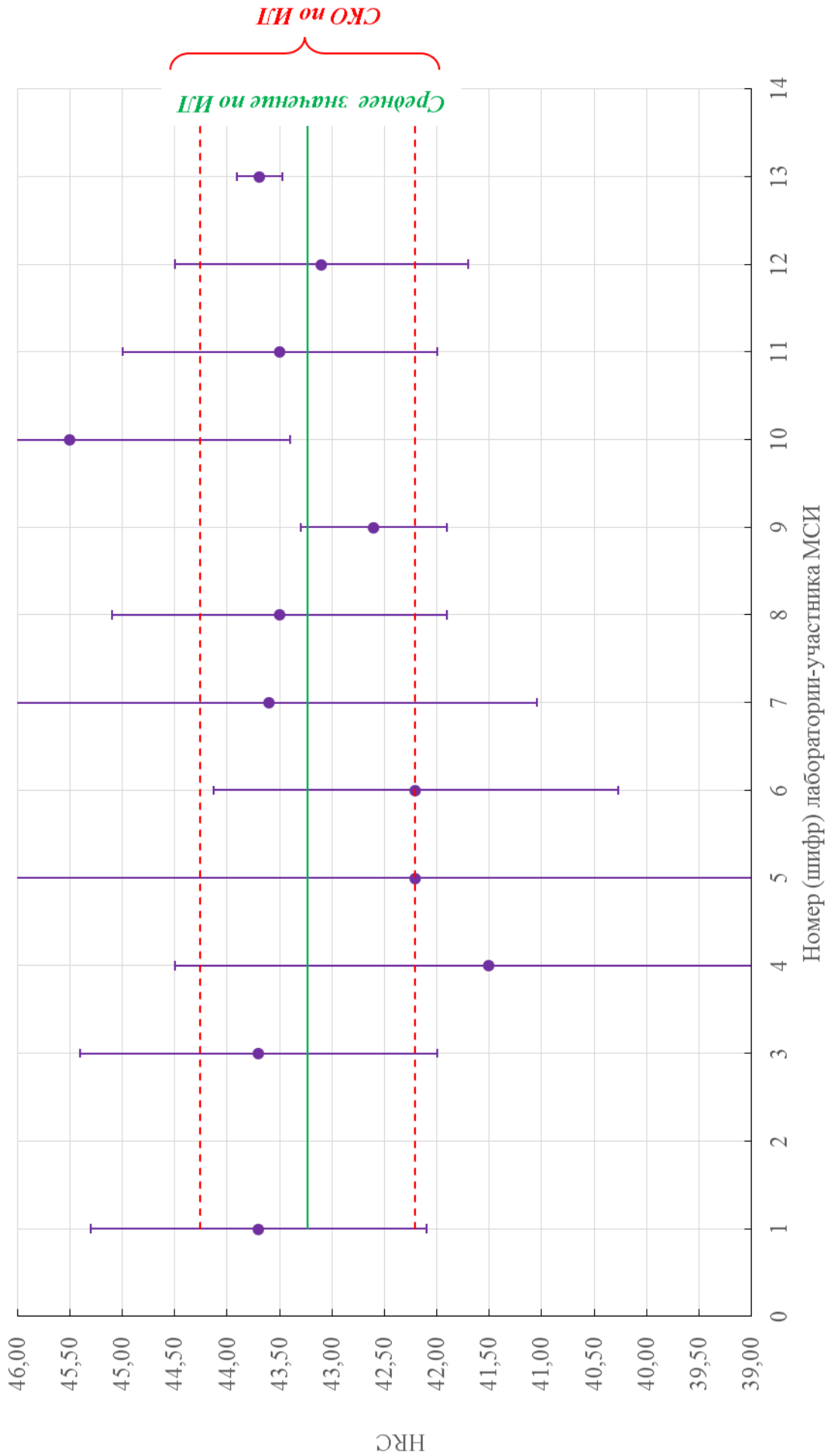


Рисунок 11 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала С) образца ОК-РС-2 по ГОСТ 9013-59 относительно среднего значения контролируемого параметра (межлабораторная совместимость)

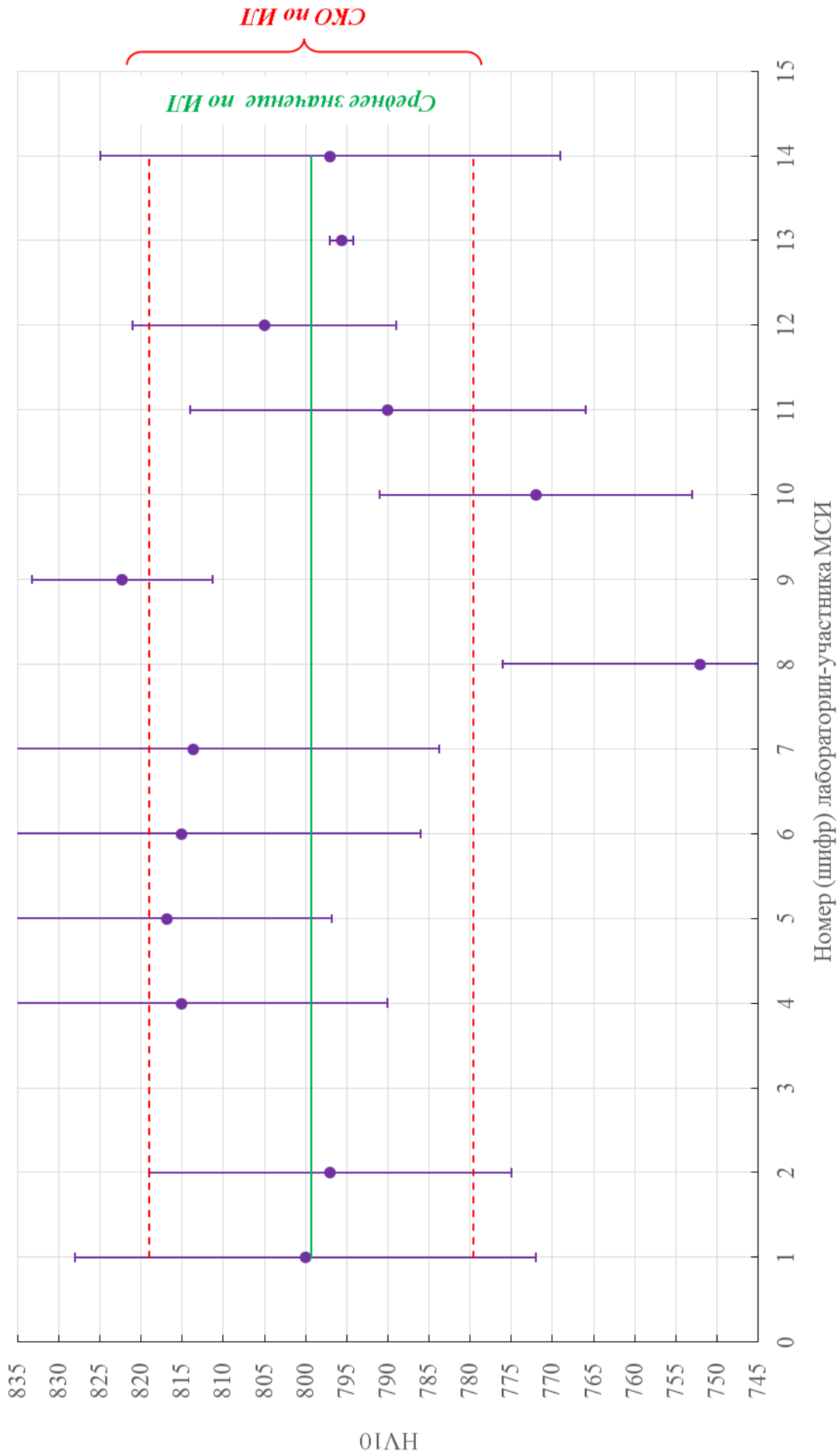


Рисунок 12 - Распределение значений и интервальных оценок погрешностей результатов измерений твердости по Виккерсу образца ОК-В-6 по ГОСТ 2999-75 или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 относительно среднего значения контролируемого параметра

В результате статистического анализа результатов измерений твердости и оценки характеристики функционирования ИЛ-участника МСИ по параметру межлабораторной совместимости результатов установлено, что:

1) Результаты измерений твердости по Роквеллу (шкала В) при контроле образца ОК-РВ-4 лабораториями № 5 и 7 признаны неудовлетворительными, выполненными с грубым нарушением.

Качество результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала В) при контроле образца ОК-РВ-4 лабораторией № 6 признано сомнительным и подлежит дополнительной проверке.

2) Результаты измерений твердости по Роквеллу (шкала С) при контроле образца ОК-РС-1 лабораторией № 1 и при контроле образца ОК-РС-2 лабораторией № 10 признаны неудовлетворительными, выполненными с грубым нарушением.

Качество результатов измерений твердости по Роквеллу (шкала С) при контроле образца ОК-РС-1 лабораторией № 7 и при контроле образца ОК-РС-2 лабораторией № 4 признано сомнительным и подлежит дополнительной проверке.

3) Результаты измерений твердости по Виккерсу при контроле образца ОК-В-6 (с нагрузкой 10 кгс) лабораторией № 8 и при контроле образца ОК-В-5 (с нагрузкой 5 кгс) лабораториями № 3 и 12 признаны неудовлетворительными, выполненными с грубым нарушением.

Сводные результаты по оценке функционирования ИЛ-участников МСИ программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021» по контролю качества измерения твердости по Роквеллу (шкалы В и С) и Виккерсу представлены в таблице 9.

Таблица 9 – Результаты проверки квалификации ИЛ-участников МСИ по измерениям твердости

Шифр ИЛ-участника	Оценка функционирования лаборатории			
	ГОСТ 9013-59 твердость по Роквеллу		ГОСТ 2999-75 (ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007)	
	Шкала В	Шкала С	Нагрузка 5 кгс	Нагрузка 10 кгс
1	2	3	4	5
Комплект ОК I (ОК-РВ-4, ОК-РС-1 и ОК-В-5)				
1	<i>удовлетворительно</i>	<i>неудовлетворительно</i> необходимы корректирующие действия	<i>удовлетворительно</i>	---
2	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---	---
3	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	<i>неудовлетворительно</i> необходимы корректирующие действия	---
4	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---
5	<i>неудовлетворительно</i> необходимы корректирующие действия	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---
6	<i>удовлетворительно</i> необходимо проверить процедуры измерений	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---
7	<i>неудовлетворительно</i> необходимы корректирующие действия	<i>удовлетворительно</i> необходимо проверить процедуры измерений	---	---
8	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---
9	---	<i>удовлетворительно</i>	---	---
10	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---
11	---	---	<i>удовлетворительно</i>	
12	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	<i>неудовлетворительно</i> необходимы корректирующие действия	---
13	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---
14	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---
15	---	<i>удовлетворительно</i>	---	---
16	<i>удовлетворительно</i>	<i>удовлетворительно</i>	---	---

Продолжение таблицы 9

1	2	3	4	5
Комплект ОК II (ОК-РС-2 и ОК-В-6)				
1	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
2	---	---	---	<i>удовлетворительно</i>
3	---	<i>удовлетворительно</i>	---	---
4	---	<i>удовлетворительно</i> необходимо проверить процедуры измерений	---	<i>удовлетворительно</i>
5	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
6	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
7	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
8	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>неудовлетворительно</i> необходимы коррекци- рующие действия
9	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
10	---	<i>неудовлетворительно</i> необходимы коррекци- рующие действия	---	<i>удовлетворительно</i>
11	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
12	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
13	---	<i>удовлетворительно</i>	---	<i>удовлетворительно</i>
14	---	---	---	<i>удовлетворительно</i>

13 Выработка предложений по устранению выявленных отклонений

Как уже было отмечено выше, при статистическом анализе результатов измерений всех ОК у Провайдера возникли сомнения относительно установленного опорного (аттестованного) значения. Практически все ИЛ-участники МСИ выдали результаты с существенным отклонением от аттестованного значения.

Для выяснения причин отклонений значений твердости, полученных при измерениях в ИЛ, от аттестованных характеристик, установленных в паспортах на меры твердости, Провайдер считает крайне необходимым от лица Главного научного метрологического центра Госкорпорации «Росатом» обратиться к производителю этих мер твердости – ООО «ЦЕНТР «МЕТ», поскольку использованные для проведения настоящего раунда МСИ меры твердости в качестве ОК по сути являются стандартными образцами, приме-

няемыми при проведении процедуры калибровки (настройки) твердомеров для выполнения измерений объектов, относящихся к области использования атомной энергии, в испытательных лабораториях организаций контура Госкорпорации «Росатом».

В целях обеспечения единства измерений в испытательных лабораториях организаций атомной отрасли и повышения доверия заказчиков к качеству результатов измерений Провайдер считает целесообразным определение круга надежных поставщиков (изготовителей) стандартных образцов для организаций, входящих в контур управления Госкорпорации «Росатом», путем повторения раунда МСИ с ОК, изготовленными другими поставщиками.

Вместе с тем, ИЛ-участникам МСИ:

1) чьи результаты измерений были признаны неудовлетворительными (выполненными с грубым нарушением), необходимо проведение корректирующих действий;

2) чье качество результатов измерений признано сомнительным, необходимо проверить процедуры измерений (включая, правильность применения использованных методик (методов) измерений, качество поверки применённых СИ, корректность расчёта доверительного интервала суммарной погрешности ($\pm\Delta$) или расширенной неопределенности с коэффициентом $k=2$, но не ограничиваясь ими) для выявления появившейся проблемы.

14 Подготовка свидетельств и заключений об участии в МСИ

По завершению раунда МСИ по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021» всем ИЛ-участникам будут оформлены и направлены в их адреса свидетельства и заключения по результатам МСИ, формы которых утверждены Главным метрологом Госкорпорации «Росатом» письмом от 09.11.2021 исх. №1-8.16/54489.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам МСИ по контролю и анализу качества измерений (испытаний) механических свойств образцов по показателям твердости (твердость по Роквеллу шкалы В и С, твердость по Виккерсу) сделаны следующие выводы:

1) Поставленные цели настоящих межлабораторных сличительных испытаний по программе «П.МСИ.ТВР-533/027-2021» достигнуты в полном объеме:

- оценено качество проводимых в лабораториях измерений при испытаниях механических свойств различных типов образцов и компетентность персонала в целом;

- выявлены проблемы в лабораториях и предписаны корректирующие действия;

- обнаружена потребность к установлению жестких требований к качеству изготовления стандартных образцов для испытаний.

2) Всем лабораториям-участникам подготовлены свидетельства и заключения по результатам настоящего раунда МСИ.

_____ *Конец отчёта* _____

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Задание на проведение испытаний



ВНИИНМ
РОСАТОМ

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»)

Провайдер межлабораторных сличительных испытаний

Уникальный номер в реестре аккредитованный лиц RA.RU.430166

УТВЕРЖДАЮ

Директор научно-исследовательского
метрологического отделения –
руководитель Провайдера МСИ

В.Б. Горшков

2021 г.



Задание на проведение измерений

**в рамках межлабораторных сличительных испытаний по контролю
качества измерения твердости по Роквеллу (шкалы В и С) и Виккерсу
по программе П.МСИ.ТВР-533/027-2021**

Москва
2021

1 Область применения

Задание на проведение измерений (далее – Инструкция) распространяется на проведение измерений показателей твердости металла контрольных образцов (далее – ОК) в рамках межлабораторных сличительных испытаний по контролю качества измерения твердости по Роквеллу (шкалы В и С) и Виккерсу по Программе П.МСИ.ТВР-533/027-2021.

2 Нормативные ссылки

В настоящей инструкции использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9013-59 (ИСО 6508-86) Межгосударственный стандарт. Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу

ГОСТ 2999-75 (СТ СЭВ 470-77) Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 Национальный стандарт Российской Федерации. Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения

3 Сокращения

В настоящей инструкции использованы следующие сокращения:

ИЛ – испытательная лаборатория;

МСИ – межлабораторные сличительные испытания;

ОК – образец для контроля;

СИ – средство измерений;

4 Общие положения

4.1 Настоящая инструкция устанавливает требования, методы и порядок к проведению испытаний механических свойств ОК по показателям твердости при температуре 20^{+15}_{-10} °С, к расчетам и оформлению результатов этих испытаний.

4.2 Задачей испытаний являются измерения твердости зашифрованных ОК по Роквеллу (шкалы В и С) в соответствии с ГОСТ 9013-59 (ИСО 6508-86) и твердости по Виккерсу в соответствии с ГОСТ 2999-75 (СТ СЭВ 470-77) или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007.

4.3 Каждый ОК представляют собой монолитную плитку прямоугольной формы с одной рабочей поверхностью и размером 60x40x10 мм, изготовленную из легированной стали.

4.4 Межлабораторный эксперимент по настоящей инструкции в каждой ИЛ должен реализовываться по схеме 5 (пяти) параллельных измерений каждого контролируемого показателя каждого типа ОК. Результатом измерений является среднее арифметическое значение результатов параллельных измерений каждого контролируемого показателя каждого типа ОК.

Результат измерений каждого контролируемого показателя необходимо представить в единицах, регламентированных методикой испытаний, с представлением доверительного интервала суммарной погрешности измерения $\pm\Delta$ при $P=0,95$ (расширенная неопределенность с коэффициентом $k=2$).

4.5 Измерения твердости по настоящей инструкции должны проводиться:

- только с использованием СИ, регламентированных методиками измерений. Все СИ, применяемые при проведении измерений, должны быть утвержденного типа и должны иметь действующие свидетельства о поверке;
- в помещениях лабораторий, в которых оснащение, отопление, водоснабжение и канализация соответствуют общим требованиям безопасности к конструкции, оснащению и организации работ, обеспечивающих безопасность, охрану здоровья и работоспособность персонала по ГОСТ 12.2.061.

5 Задание на измерение при испытаниях

5.1 Пробоподготовка ОК

5.1.1 В соответствии с программой МСИ установлены следующие типы образцов для контроля:

- ОК-РС-1, ОК-РС-2 и ОК-РС-3 – плитки прямоугольной формы с одной рабочей поверхностью для измерения твердости по Роквеллу по шкале С в диапазоне 20÷70 HRC по ГОСТ 9013-59;
- ОК-РВ-4 – плитка прямоугольной формы с одной рабочей поверхностью для измерения твердости по Роквеллу по шкале В в диапазоне 20÷100 HRV по ГОСТ 9013-59;

- ОК-В-5 – плитка прямоугольной формы с одной рабочей поверхностью для измерения твердости по Виккерсу в диапазоне 100÷800 HV5 при нагрузке 5 кгс по ГОСТ 2999-75 или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007;

- ОК-В-6 – плитка прямоугольной формы с одной рабочей поверхностью для измерения твердости по Виккерсу в диапазоне 100÷800 HV10 при нагрузке 10 кгс по ГОСТ 2999-75 или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007;

- ОК-В-7 – плитка прямоугольной формы с одной рабочей поверхностью для измерения твердости по Виккерсу в диапазоне 100÷800 HV30 при нагрузке 30 кгс по ГОСТ 2999-75 или ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007.

5.1.2 Каждая ИЛ, в зависимости от указанных в заявке (в опросных листах) контролируемых показателей, получает комплект ОК, состоящий из образцов для проведения измерений твердости по соответствующей методике. Например, комплект I, состоит из набора образцов ОК-РС-1, ОК-РВ-4 и ОК-В-5, Комплект II – из ОК-РС-2, ОК-В-6.

5.1.3 Перед измерениями необходимо идентифицировать каждый ОК в соответствии с маркировкой указанной на этикетке. На торцевой поверхности каждого ОК дополнительно выгравировано его обозначение, например, «ОК-РС-1».

5.1.4 Перед измерениями необходимо провести осмотр каждого ОК. На рабочей поверхности испытуемого образца не должно быть видимых повреждений в виде сколов и трещин, оксидной пленки и посторонних веществ.

5.1.5 В случае получения ОК с механическими дефектами, пятнами коррозии и прочими повреждениями способными влиять на результат измерений твердости, ИЛ незамедлительно должна проинформировать Провайдера посредством ЕОСДО или электронной почты с приложением описания дефектов (по возможности с фотографиями дефектов).

5.2 Подготовка к проведению испытаний

5.2.1 Установить условия окружающей среды для проведения испытаний согласно текстам соответствующих методик. Температура окружающей среды при проведении испытаний не должна превышать 20^{+15}_{-10} °С, относительная влажность должна быть в диапазоне от 40 до 80 %.

5.2.2 Провести подготовку СИ к работе в соответствии инструкцией по эксплуатации и методикой измерений.

5.2.3 Удостовериться в выполнении следующих условий при проведении измерений твёрдости:

- жесткое и устойчивое положение ОК на подставке без прогиба во время измерения твердости;
- перпендикулярность приложения действующего усилия к поверхности испытуемого ОК;
- плавность приведения наконечника в контакт с рабочей поверхностью ОК;
- плавность возрастания нагрузки до требуемого значения;
- поддержание постоянства приложенной нагрузки в течение установленного времени;
- плавность снятия основного усилия.

5.3 Проведение испытаний

5.3.1 Выполнить измерения твердости каждого ОК в соответствии с требованиями соответствующей методики измерений 5 (пять) раз.

Для определения твердости по Виккерсу произвести нужные вычисления в соответствии с методикой.

5.3.2 Параметры испытаний и первичные результаты измерений в виде записей в рабочих журналах, приборных распечаток и т.д. сохранить до завершения Программы МСИ.

5.3.3 Провести расчет среднего арифметического значения результатов 5 (пяти) параллельных измерений каждого контролируемого показателя каждого типа ОК.

5.3.4 Полученные результаты измерений после окончания испытаний записать в протокол (приложение 1). Результаты всех измерений и среднего арифметического значения каждого контролируемого показателя каждого ОК представить с указанием доверительного интервала суммарной погрешности измерения $\pm\Delta$ при доверительной вероятности не менее 0,95 или при расширенной неопределенности с коэффициентом $k=2$.

Если испытательная лаборатория аккредитована в Национальной системе аккредитации, она имеет право дополнительно предоставить протокол, соответствующий утвержденной форме.

5.3.5 Среднее арифметическое значение результатов 5 (пяти) параллельных измерений каждого контролируемого показателя каждого типа ОК

является одним независимым результатом лаборатории. Если ИЛ использует разные СИ или измерения проводятся разными операторами, то на каждый независимый результат выпускается отдельный протокол. Каждому независимому результату Провайдером будет присвоен отдельный индивидуальный номер (шифр ИЛ), который будет указан в заключении, выдаваемом каждой ИЛ, и в итоговом отчете.

5.4 Сроки выполнения испытаний

5.4.1 Срок проведения измерений (испытаний) каждого комплекта ОК ограничен 3 (тремя) рабочими днями со дня получения каждой лабораторией упакованных ОК. После окончания испытаний комплект образцов в исходных упаковках и комплект задания на измерения должны быть переданы представителю транспортно-логистической компании в срок не более 2 (двух) рабочих дней.

5.4.2 Протоколы испытаний должны быть направлены строго в адрес Провайдера МСИ – АО «ВНИИНМ», директору научно-исследовательского метрологического отделения Горшкову Владимиру Борисовичу по ЕОСДО или e-mail: VBGorshkov@bochvar.ru или факс: +7 (499) 190-23-25 – не позднее 5 (пяти) рабочих дней после окончания измерений (испытаний).

5.4.3 Дата окончания приема протоколов ИЛ-участников МСИ с результатами измерений контролируемых показателей ОК – 15.09.2022 г.

6 Условия хранения ОК

6.1 Запрещается хранить ОК в сырых помещениях с относительной влажностью более 80 %.

6.2 Не допускать контакта образцов с агрессивными средами, абразивными материалами и острыми предметами.

7 Действия после окончания испытаний

7.1 Для реализации МСИ по Программе П.МСИ.ТВР-533/027-2021 выбрана последовательная схема рассылки одних и тех же ОК, то есть используется несколькими участниками. Поэтому комплекты образцов подлежат возврату.

7.2 По окончании испытаний комплект образцов в исходных упаковках и задание на измерение в течение 2 (двух) рабочих дней должны быть переданы представителю транспортно-логистической компании, установленной Провайдером. Контактная информация для связи с представителем транспортно-логистической компании указана на этикетке к упаковке образцов.

8 Действия в случае утери или порчи ОК

8.1 В случае утери или порчи комплекта или отдельных ОК лаборатория должна обратиться в адрес Провайдера МСИ для направления нового комплекта ОК или его части.

8.2 Лаборатория, утратившая часть комплекта ОК или весь комплект, восполняет полную стоимость его дубликата и все расходы по транспортировке дубликата. В этом случае лаборатории предоставляется повторная возможность участия в МСИ.

9 Меры по предотвращению сговора участников МСИ и фальсификации результатов МСИ

9.1 Состав участников, шифры ОК и результаты измерений – информация конфиденциальная и не подлежит разглашению. Лица, проводящие измерения по настоящей Программе, несут личную ответственность за фальсификацию и разглашение полученных данных.

9.2 В случае возникновения у Провайдера подозрений на сговор, результаты лабораторий-участников МСИ, подозреваемых в сговоре, не будут использоваться в общем статистическом исследовании во избежание искажения результата. Данные об испытательных лабораториях, подозреваемых в сговоре, будут переданы Заказчику МСИ.

10 Отчетность по результатам МСИ

10.1 По окончании МСИ Провайдер составляет отчет, утверждаемый руководителем Провайдера, в котором результаты и показатели качества измерений соотносятся только с шифром лаборатории без указания ее названия и организации. Шифр (идентификационный код) присваивается лабораториям-участникам МСИ на стадии получения заявок на участие от участников МСИ и сообщается участнику только в заключении по результатам МСИ,

например, «Шифр Вашей лаборатории – № 10». Отчет размещается на сайте провайдера www.bochvar.ru.

Лаборатория участник МСИ может отказаться от конфиденциальности в рамках программы проверки квалификации, например с целью публичного обсуждения своих результатов для улучшения деятельности лаборатории. Отказ от конфиденциальности принимается от участников в письменном виде в адрес Провайдера.


10.2 По итогам МСИ всем лабораториям-участникам направляется Свидетельство и заключение, утвержденной формы.

10.3 Лаборатория-участник МСИ, неудовлетворенная своим результатом по итогам МСИ или оказанной Провайдером услугой, имеет возможность предъявить претензию/жалобу/апелляцию.


Правила рассмотрения претензий, жалоб и апелляций опубликованы (размещены) на сайте Провайдера www.bochvar.ru.

Координаторы Провайдера МСИ

Начальник лаборатории
метрологического обеспечения
контроля свойств


_____ В.В. Лесин

Ведущий инженер лаборатории
метрологического обеспечения
контроля свойств


_____ О.Б. Ермолова

Приложение 1
(обязательное)

Форма Протокола результатов измерения

- 1) Наименование организации: _____
- 2) Наименование лаборатории: _____
- 3) Наименование участка (группы, отдела): _____
- 4) ФИО оператора: _____
- 5) Наименование контролируемого показателя: _____
- 6) Название и номер методики измерения, описание СИ (номер и дата свидетельства о поверке, погрешность): _____
- 7) Условия проведения измерения: _____
- 8) Результаты измерений _____

Дата измерения	Объект измерения	Определяемая характеристика, размерность	№ Параллельного измерения	Значение измеренной характеристики и его погрешность, ($X_i \pm \Delta$)	Средний результат измерений и его погрешность, ($\bar{X} \pm \Delta$)
	ОК-РВ-...	твердость по Роквеллу по шкале В, HRB	1		
			2		
			3		
			4		
			5		
	ОК-РС-...	твердость по Роквеллу по шкале С, HRC	1		
			2		
			3		
			4		
			5		
	ОК-В-...	твердость по Виккерсу при нагрузке ..., HV...	1		
			2		
			3		
			4		
			5		

- 9) Телефон, факс, e-mail: _____
- 10) Дополнительная информация, которую лаборатория желает сообщить: _____

Специалисты лабораторий-участниц несут личную ответственность за фальсификацию результатов измерений, полученных при МСИ.

Подпись исполнителя _____

Подпись начальника лаборатории (отдела, группы, участка) _____