



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-34-37>
УДК 621.793

Поступила 17.02.2020
Received 17.02.2020

РАЗРАБОТКА И ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРЕДПРИЯТИЯ В ПРАКТИКЕ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ

Е. А. КАЗАКОВА, Т. С. БИРИСЕН, ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», г. Жлобин, Гомельская обл., Беларусь, ул. Промышленная 37. E-mail: ao.czl@bmz.gomel.by, ts.birisen@bmz.iron

В статье приводится опыт разработки и применения стандартных образцов предприятия (СОП) монолитных и дисперсных материалов для спектрального и химических методов анализа стали. Подробно описан порядок разработки СОП: разработка технического задания на СОП в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315; подготовка материала СОП; исследование однородности материала СОП; установление метрологических характеристик СОП; оформление отчета по разработке СОП; проверка технической документации на СОП и метрологическая экспертиза документации, утверждение СОП и его регистрация.

Ключевые слова. Стандартный образец (СО), стандартный образец предприятия (СОП), точность измерений, разработка СОП, монолитный материал, дисперсный материал, спектральный анализ, химический анализ.

Для цитирования. Казакова, Е. А. Разработка и применение стандартных образцов предприятия в практике аналитических лабораторий / Е. А. Казакова, Т. С. Бирисен // *Литье и металлургия*. 2020. № 1. С. 34–37. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-34-37>.

DEVELOPMENT AND APPLICATION OF STANDARD ENTERPRISE SAMPLES IN THE PRACTICE OF ANALYTICAL LABORATORIES

Е. А. KAZAKOVA, Т. С. BIRISEN, OJSC «BSW – Management Company of the Holding «BMC», Zhlobin, Gomel region, Belarus, 37, Promyshlennaya str. E-mail: ao.czl@bmz.gomel.by, ts.birisen@bmz.iron

The article presents the experience of development and application of enterprise standard samples (ESS) of monolithic and dispersed materials for spectral and chemical methods of steel analysis. The procedure for the development of ESS is described in detail: development of technical specifications for ESS in accordance with the requirements of GOST 8.315, preparation of ESS material, study of the uniformity of ESS material, establishment of metrological characteristics of ESS, preparation of a report on the development of ESS, verification of technical documentation for ESS and metrological examination of documentation, approval of ESS and its registration.

Keywords. Standard sample (SS), enterprise standard sample (ESS), measurement accuracy, ESS development, monolithic material, dispersed material, spectral analysis, chemical analysis.

For citation. Kazakova E. A., Birisen T. S. Development and application of standard enterprise samples in the practice of analytical laboratories. *Foundryproductionandmetallurgy*, 2020, no. 1, pp. 34–37. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-34-37>.

В современном аналитическом контроле металлургического производства широко используются стандартизированные инструментальные методы анализа химического состава материалов, которые требуют обязательного использования стандартных образцов (СО). СО необходимы для обеспечения единства измерений и требуемой точности измерений посредством градуировки, метрологического контроля средств измерения, контроля точности результатов измерений, валидации методик измерений. Применение СО позволяет обнаружить возможные систематические ошибки используемого метода анализа и, следовательно, оценить правильность полученных результатов анализа. Также применение стандартных образцов позволяет устранить конфликты между потребителями и поставщиками, которые возникают при оценке химического состава продуктов металлургического производства.

Стандартный образец – это практически однородный в отношении стандартизируемых элементов материал. Содержание элементов в нем определяется путем многократных анализов с применением различных методов. Установленное содержание стандартизированных элементов указывается в свидетельстве, прилагаемом к данному СО.

Стандартные образцы по уровню утверждения (или признания) делятся на межгосударственные СО (МСО), государственные СО (ГСО), отраслевые СО (ОСО) и СО предприятия (СОП).

СОП химического состава – это стандартный образец, разрабатываемый непосредственно на предприятии и применяемый на данном предприятии для градуировки СИ и контроля точности результатов измерений, выполняемых в соответствии с требованиями методов анализа*.

СОП для химического анализа, как правило, выпускают лишь в тех случаях, когда их применение обосновано и экономически целесообразно для уменьшения расхода ГСО; если продукция, состав которой необходимо контролировать, производится впервые и отсутствуют условия для выпуска ГСО; если стабильность химического состава материала недостаточна для выпуска СО более высокой категории [1].

В Центральной заводской лаборатории (ЦЗЛ) ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМЗ» наряду с ГСО широко применяются СОП монолитных и дисперсных материалов для спектрального и химического анализа стали. Создание СОП, метрологическая экспертиза, утверждение и регистрация осуществляется на предприятии в соответствии с ГОСТ 8.315-97 и ГОСТ 8.531-2002**.

Процесс создания СОП начинается с составления технического задания на разработку СОП. В техническом задании необходимо указать наименование и область применения СОП, основание для его разработки, назначение, технические требования, стадии и этапы разработки, перечень разрабатываемой технической документации*.

В ЦЗЛ ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК» в качестве приложения к техническому заданию используется методика аттестации СОП. В ЦЗЛ разработаны две такие методики: методика аттестации СОП монолитных материалов для спектрального анализа и методика аттестации СОП дисперсных материалов.

Методики включают в себя следующие разделы: общие положения, порядок разработки СОП, подготовка материала СОП, исследование материала СОП, установление значений аттестуемых характеристик СОП, порядок утверждения и регистрации СОП.

Порядок разработки и метрологической аттестации СОП включает в себя следующие этапы: подготовка материала СОП, исследование однородности материала СОП, установление метрологических характеристик СОП, оформление отчета по разработке СОП, проверка технической документации на СОП и метрологическая экспертиза документации, утверждение СОП и его регистрация.

Для приготовления СОП монолитных материалов для спектрального анализа отбирают образцы горячекатаного круглого проката диаметром от 40 до 60 мм с одной плавки, произведенной в сортопрокатном цехе № 2. Материал подготавливают в соответствии с требованиями ГОСТ 7565-81 «Чугун, сталь и сплавы. Метод отбора проб для определения химического состава», в количестве 25 экземпляров высотой 40 мм каждый. Для приготовления СОП дисперсного материала отбирают пробу горячекатаного сортового проката в виде стружки путем фрезерования всего поперечного сечения в соответствии с требованиями ГОСТ 7565-81 массой 1 кг. Для усреднения состава подготовленный материал помещают в смеситель (форма тетраэдра) и проводят перемешивание согласно инструкции по эксплуатации смесителя. Усредненный материал помещают в герметично закрывающиеся емкости.

После подготовки материала СОП проводят исследование однородности, в результате которого необходимо установить характеристику погрешности СОП, обусловленную неоднородностью.

Исследование однородности материала СОП для монолитных материалов проводят для всех аттестуемых элементов методом оптико-эмиссионной спектроскопии. Поверхность каждого экземпляра образца подготавливают в соответствии с требованиями ГОСТ 18895-97 «Сталь. Метод фотоэлектрического спектрального анализа», на каждой аналитической поверхности проводят два измерения со случайным выбором поверхности. После проведения измерений каждый экземпляр СОП разрезают по плоскости, параллельной аналитической поверхности. Положение плоскости разреза на каждом экземпляре определяют случайным образом по всей его высоте. На срезах подготавливают аналитические поверхности и проводят измерения. Характеристику однородности СОП состава дисперсного материала оценивают для всех аттестуемых компонентов способом, основанным на многократных измерениях содержания аттестуемого компонента в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего материала СОП, с последующей обработкой результатов. Для экспериментального исследования однородности использу-

* ГОСТ 8.315-97. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

** ГОСТ 8.531-2002. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.

ют методику выполнения измерений с известной или оцененной перед проведением исследования характеристикой случайной погрешности. В результате исследований однородности СОП устанавливают характеристику погрешности, обусловленную неоднородностью материала, и учитывают ее при оценивании погрешности аттестованного значения СОП.

Установление значений аттестуемых характеристик СОП осуществляют методом сравнения с мерой, который обеспечивает прослеживаемость измерений [2]. Этот метод основан на сравнении определяемой величины в аттестуемом СОП с однородной величиной в соответствующем ГСО. При выборе ГСО необходимо соблюдать следующие условия: СОП и ГСО должны относиться к одному виду материала, содержание аттестуемого компонента в том и другом образце не отличается более чем в 2 раза, наличие других компонентов в материале не препятствует использованию одной и той же методики измерения [1].

Установление значений аттестуемых характеристик СОП выполняют два квалифицированных сотрудника (лаборанты спектрального или химического анализа не ниже 5-го разряда).

Параллельно с анализом каждого образца СОП воспроизводят значение соответствующей аттестованной характеристики в ГСО. Каждый лаборант проводит две серии определений аттестуемой характеристики в СОП и ГСО по пять пар в каждой, по результатам которых вычисляют разность результатов определений для каждой пары проб каждой серии (E_{ki}), среднее значение разности результатов (\bar{E}).

Значение аттестованной характеристики СОП рассчитывают как сумму аттестованного значения ГСО и среднего значения разности результатов пар определений: $A_{\text{СОП}} = A_{\text{ГСО}} + \bar{E}$.

Погрешность аттестованной характеристики (для доверительной вероятности 0,95) составляет:

$$\Delta_{A_{\text{СОП}}} = K S_{\Sigma},$$

где

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\Delta_{\text{ГСО}}^2 / 3 + S_{\bar{E}}^2};$$

$$K = \frac{2,1 S_{\bar{E}} + \Delta_{\text{ГСО}}}{S_{\bar{E}} + \frac{\Delta_{\text{ГСО}}}{\sqrt{3}}};$$

$$S_{\bar{E}} = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^4 \sum_{i=1}^5 (E_{ki} - \bar{E})^2}{m(m-1)}},$$

где m – количество пар проб, $m = 20$; $\Delta_{\text{ГСО}}$ – характеристика погрешности ГСО, указанная в паспорте ГСО [1].

Данная схема аттестации СОП обеспечивает минимизацию систематической погрешности результатов определений за счет использования разности воспроизведенных значений аттестованной характеристики в ГСО и СОП [2].

Полученные результаты исследований оформляются в виде отчета и предоставляются в отдел главного метролога (ОГМетр) ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», где проводится метрологическая экспертиза результатов исследований и документации. Положительный результат метрологической экспертизы является основанием для аттестации и утверждения СОП. После чего СОП регистрируется и оформляется паспорт в соответствии с требованиями ГОСТ 8.315-97.

СОП наряду с другими стандартными образцами успешно используются в аналитических лабораториях предприятия для градуировки и калибровки средств измерений, валидации и аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений, внутрилабораторного контроля результатов измерений.

Применяются СОП в соответствии с требованиями, установленными в нормативной документации на методы измерений (испытаний) (ГОСТ 8.531-2002).

СОП обладают рядом преимуществ по отношению к другим стандартным образцам:

- СОП можно разработать в очень короткие сроки (1–2 месяца), если на предприятии есть все необходимые ресурсы;
- при разработке СОП есть возможность учесть особенности и задачи конкретной лаборатории;
- использование СОП для спектральных методов анализа обеспечивает близость применяемых стандартных образцов к анализируемым пробам, что не всегда могут обеспечить ГСО;

- применение СОП в аналитическом контроле позволяет экономить денежные средства, выделяемые на закупку ГСО.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Справочник.** Метрологическое обеспечение контроля состава материалов черной металлургии / под ред. Ю. Л. Плинера. М.: Металлургия, 1981. 248 с.
2. **Котляровская Э. Н., Валиахметова Е. Н.** Прослеживаемость аттестованных значений стандартных образцов предприятий и отраслей материалов металлургического производства // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 1 (II). С. 44–48.

REFERENCES

1. **Pliner Ju. L.** *Metrologicheskoe obespechenie kontrolja sostava materialov chernoj metallurgii* [Metrological support for monitoring the composition of ferrous metallurgy materials]. Moscow, Metallurgija Publ., 1981, 248 p.
2. **Kotljarovskaja Je. N., Valiahmetova E. N.** Proslezhiვაemoსt' atესtოvannyh znachenij standartnyh obrazcov predpriyatij i otraslej materialov metallurgicheskogo proizvodstva [Traceability of certified values of standard samples of enterprises and industries of materials of metallurgical production]. *Zavodskaja laboratorija. Diagnostika materialov = Factory laboratory. Diagnostics of materials*, 2018, vol. 84, no. 1 (II), pp. 44–48.