DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-23-27

УДК (UDC) 543.062:669.1

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

© Елена Константиновна Колпакова, Рашида Константиновна
Хузагалеева, Валерий Васильевич Степановских

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия; e-mail: iso@icrm-ekb.ru

Статья поступила 29 августа 2017 г.

Рассмотрен опыт организации межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний (МСИ), проводимых ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО») в целях установления значений аттестуемых характеристик стандартных образцов и проверки квалификации лабораторий. Представлены данные по МСИ, проведенным ЗАО «ИСО» в 2012 – 2017 гг., а также информация о программе МСИ на 2018 г. Рассмотрены некоторые вопросы, которые возникли при аккредитации ЗАО «ИСО» в качестве провайдера межлабораторных сличительных испытаний.

Ключевые слова: межлабораторные сличения; межлабораторные сравнительные испытания; межлабораторные сличительные испытания; МСИ; стандартный образец; межлабораторный эксперимент; проверка квалификации лабораторий; провайдер межлабораторных сличительных испытаний.

INTERLABORATORY COMPARATIVE TESTS OF METALLURGICAL MATERIALS

© Elena K. Kolpakova, Rashida K. Khuzagaleeva, and Valerii V. Stepanovskikh

The Institute for Certified Reference Materials, Yekaterinburg, Russia; e-mail: iso@icrm-ekb.ru

Submitted August 29, 2017.

The experience of JSC “The Institute for Certified Reference Materials” (JSC “ICRM”) in organizing and conducting inter-laboratory comparative tests (ICT) is considered. ICT are conducted to determine the values of certified characteristics of standard samples and examine the qualifications of the laboratories. Data on ICT carried out by JSC ISO in 2012 – 2017, as well as information on the ICT program for 2018 are presented. Some issues emerged upon accreditation of the JSC “ICRM” as a provider of inter-laboratory comparative tests are considered.

Keywords: inter-laboratory comparison; inter-laboratory comparative tests; inter-laboratory test trials; ICT; standard sample; inter-laboratory experiment; testing of laboratory qualification; inter-laboratory test provider.

С появления первых стандартных образцов (СО) и по настоящее время основным способом установления значений аттестуемых характеристик является межлабораторный эксперимент (МЛЭ) с применением различных методов анализа.

В отсутствие эталона моля и достаточно надежных (и доступных) первичных методов количественного химического анализа МЛЭ является наиболее приемлемым способом установления метрологических характеристик СО, применяемым в отечественной и мировой практике. При установлении содержания элементов в таких

сложных матрицах, как металлургические материалы, МЛЭ является самым распространенным способом аттестации СО.

За свою 55-летнюю историю Институт стандартных образцов¹ приобрел статус ведущего разработчика стандартных образцов материалов черной металлургии и с 1963 г. определяет аттестованные СО по результатам МЛЭ [1].

Современные способы планирования и проведения МЛЭ позволяют расширить круг решаемых в результате эксперимента задач, включив в него в первую очередь проверку квалифи-

¹ Институт основан в 1963 г. как Всесоюзный институт стандартных образцов и спектральных эталонов (ВНИИСО), с 1974 г. — Институт стандартных образцов Центрального научно-исследовательского института черной металлургии им. И. П. Бардина (ИСО ЦНИИЧМ), с 1993 г. — Закрытое акционерное общество «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО»).

Рис. 1. Аттестат аккредитации ЗАО «ИСО»

кации лабораторий как участников межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ). В черной металлургии СССР способ подтверждения качества работы лабораторий по результатам МСИ («внешний контроль» [2]) был введен в 1980-х годах в связи с началом работ по отраслевой аттестации аналитических лабораторий и осуществлялся нашим институтом до 2004 г.

В 2004 г. Институт был признан Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии в качестве координатора МСИ, а в августе 2011 г. — в качестве провайдера проверок квалификации лабораторий (в соответствии с требованиями международного стандарта ИСО/МЭК 17043:2010).

Аккредитация провайдера ЗАО «ИСО» в национальной системе аккредитации

В 2016 г. Институт был аккредитован Федеральной службой по аккредитации (ФСА) в качестве провайдера МСИ. В феврале 2017 г. сведения о ЗАО «ИСО» как о провайдере МСИ были внесены в реестр аккредитованных лиц ФСА.

При аккредитации возник ряд вопросов, связанных с применяемой терминологией и критериями аккредитации в области межлабораторных сравнительных испытаний. Аттестатом (рис. 1) подтверждено соответствие провайдера ЗАО «ИСО» требованиям ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 [3], однако при аккредитации необходимо руководствоваться критериями, установленными приказом Минэкономразвития России от 30.05.2014 г. № 326 [4].

Существуют несоответствия в терминологии указанных документов: например, в ГОСТ

ISO/IEC 17043–2013 используются термины «межлабораторное сличение»², «провайдер проверки квалификации», а в приказе № 326 — «межлабораторные сличительные испытания», «провайдер межлабораторных сличительных испытаний» и др.

В соответствии с критериями аккредитации [4] заявитель должен предоставить сведения об оснащенности стандартными образцами (СО) и эталонными (контрольными) материалами. Наличие СО у заявителя является необходимым условием, определяющим область аккредитации. При этом эксперты не учитывали тот факт, что отсутствующие СО могут быть приобретены или разработаны при планировании и реализации соответствующих программ проверок квалификации лабораторий посредством МСИ, а опорные значения могут быть установлены по результатам, полученным в этих МСИ [5].

Другим требованием, приведенным в п. 36 критериев аккредитации [4], вызвавшим недоумение, было «наличие у работников провайдера ... или иных лиц, привлекаемых провайдером межлабораторных сличительных испытаний для организации проведения межлабораторных сличительных испытаний: ... опыта работы по организации проведения межлабораторных сличительных испытаний в области аккредитации, указанной в заявлении об аккредитации или в реестре аккредитованных лиц, **не менее трех лет**». Данное требование, как и требование «наличия у провайдера межлабораторных сличительных испытаний по основному месту работы не менее трех работников...», отсутствует в ГОСТ ISO/IEC 17043–2013. Авторы считают, что необходима гармонизация критериев аккредитации [4] и ГОСТ ISO/IEC 17043–2013.

Организация и проведение МСИ

Для формирования программы проверки квалификации лабораторий в качестве образцов для проверки квалификации (ОК) ЗАО «ИСО» использует СО утвержденных типов (ГСО) и разрабатываемые СО. Номенклатура выпускаемых Институтом³ ГСО включает широкий круг материалов металлургического производства: руды и концентраты, ферросплавы и лигатуры, флюсы, огнеупоры, сталь, чугун, сплавы на никелевой и кобальтовой основе, шлаки и пылевые выбросы металлургических агрегатов.

Для установления аттестованного значения СО и приписанного значения ОК Институт ис-

² В соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 в Российской Федерации наряду с термином «межлабораторное сличение» применим термин «межлабораторные сравнительные испытания».

³ ЗАО «ИСО» аккредитовано в соответствии с требованиями международного стандарта Руководство ИСО 34 как компетентный производитель СО.

пользует результаты, полученные только квалифицированными лабораториями. Критериями для отбора таких лабораторий служат информация об их аккредитации, опыт анализа аналогичных материалов, а также «стаж» их участия в МСИ. Ежегодно в установлении аттестованного (приписанного) значения принимает участие около 80 лабораторий, в том числе, лаборатории ведущих предприятий черной металлургии и машиностроительного комплекса России, Украины, Казахстана, а также лаборатории Чехии, Польши, Германии.

Установление аттестованного (приписанного) значения ЗАО «ИСО» осуществляет в соответствии с СТО 20872050.СМК.СК.09–2013 [6]. В основу алгоритма обработки результатов положена концепция характеризации СО, базирующаяся на согласованности результатов, которые получены разными методами в независимых лабораториях.

Алгоритм обработки результатов включает проверку статистических выбросов средних результатов измерений с использованием критерия Граббса, а также проверку гипотез о нормальном распределении средних результатов измерений с использованием критерия Шапиро – Уилка (W-критерия) и о равенстве значения выборочной дисперсии нормальной совокупности средних результатов МСИ СО и нормированного значения показателя воспроизводимости с помощью χ^2 -критерия.

После установления приписанного значения результаты, полученные всеми участниками МСИ, оценивают в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17043–2013. Для оценивания характеристики функционирования лаборатории Институт использует Z-индекс: $Z = (x - \bar{X})/\sigma$, где x — результат участника; $\bar{X}$ — приписанное значение; σ — стандартное отклонение для оценки квалификации.

В качестве стандартного отклонения для оценки квалификации Институт использует нормированное значение показателя воспроизводимости для химических и спектральных методов

анализа в соответствии с ГОСТ Р 54569–2011 [7], М 20–2010 [8].

Каждая лаборатория-участник получает Свидетельство об участии в МСИ с приложением, содержащим результаты ее участия, а также отчет по результатам участия в МСИ всех лабораторий.

Информация о количестве лабораторий, принимавших участие в МСИ в 2012 – 2017 гг., приведена в табл. 1.

Ежегодно ЗАО «ИСО» публикует программу проверки квалификации лабораторий посредством МСИ на своем сайте (www.icrm-ekb.ru).

Информация о проведенных МСИ в 2012 – 2017 гг. представлена в табл. 2.

Перечень МСИ, проведение которых предусмотрено программой в 2018 г., приведен в табл. 3.

Следует отметить, что в соответствии с п. 5.9.1 ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 [9] «лаборатория должна располагать процедурами управления качеством с тем, чтобы контролировать достоверность проведенных испытаний и калибровки Этот контроль ... может включать в себя ...: б) участие в межлабораторных сравнительных испытаниях или программах проверки квалификации ...», т.е. участие лаборатории в МСИ желательно, но необязательно. Затем Приказом Минэкономразвития России от 07.09.2016 № 570 критерии аккредитации лабораторий дополнили пунктом 23.11.1 — «наличие плана участия в межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаниях ...». В конце 2016 г. была утверждена политика Росаккредитации в отношении проверки квалификации путем проведения межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний, в соответствии с которой «лаборатория должна не реже 1 раза в год принимать участие в программах МСИ».

Возможно, в связи с этим с 2015 г. наблюдается рост числа заявок на участие в программах проверки квалификации, поступающих от аккредитованных лабораторий (рис. 2).

Таблица 1. Количество лабораторий, принимавших участие в МСИ в 2012 – 2017 гг.

Страна	Год					
	2012	2013	2014	2015	2016	2017 (по состоянию на 31.08.2017)
Российская Федерация	59	75	72	67	90	96
Украина	5	5	5	4	5	5
Республика Казахстан	3	6	6	5	6	5
ФРГ	—	1	—	—	1	—
Чешская Республика	—	8	—	—	—	—
Республика Польша	—	2	—	—	—	1

Таблица 2. Перечень и общее количество МСИ, проведенных в 2012 – 2017 гг.

Материал ОК (форма)	Год					
	2012	2013	2014	2015	2016	2017
1. Сталь углеродистая и низколегированная						
для химического анализа (стружка)	1	5	4	5	7	3
для спектрального анализа (монокристалл)	5	15	—	1	1	2
2. Сталь легированная						
для химического анализа (стружка)	1	5	9	7	—	11
для спектрального анализа (монокристалл)	—	4	8	7	1	8
3. Чугун						
для химического анализа (стружка)	16	—	2	1	6	4
для спектрального анализа (монокристалл)	11	5	—	—	6	3
4. Ферросплавы для химического анализа (стружка)	5	3	1	3	1	1
5. Сплавы на никелевой, железоникелевой основе						
для химического анализа (стружка)	—	—	2	2	—	—
для спектрального анализа (монокристалл)	—	—	2	2	—	—
6. Сырье черной и цветной металлургии: руды, концентраты, агломераты, окатыши, кокс	—	2	1	2	2	2
7. Шлаки	—	1	—	1	1	—
8. Огнеупоры	—	—	—	—	—	1
Всего ОК	39	40	29	31	25	35

Таблица 3. Программа МСИ на 2018 г.

Объект МСИ	Шифр образца	Форма образца	Определяемые элементы	Срок проведения МСИ
Сталь углеродистая	ИСО 7-146	Цилиндры	N, O	Апрель 2017 – апрель 2018
Сталь легированная	C51д	Стружка	C, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, Cu	Апрель 2017 – май 2018
Чугун передельный	ИСО ЧГ56	Стружка, монокристалл	As, Sb	Апрель 2017 – июнь 2018
	ИСО ЧГ57	Стружка, монокристалл	P, As	Апрель 2017 – июнь 2018
Хром металлический	ИСО Ф36/1	Порошок	Cr, Fe, Si, C, S, Al, Cu, Ni, V, Ca, N	Май 2017 – август 2018
Сталь легированная	ИСО 7-23	Стружка	N	Май 2017 – август 2018
Сталь (рельсовая)	ИСО УГ126	Стружка, монокристалл	C, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, V, Cu, Al, Bi, Pb, N	Июнь 2017 – сентябрь 2018
	ИСО УГ127	Стружка, монокристалл	C, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, Ti, V, Cu, Al, Bi, Pb, N	Июнь 2017 – сентябрь 2018
	ИСО УГ128	Стружка, монокристалл	C, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, V, Cu, Al, N	Июнь 2017 – сентябрь 2018
	ИСО УГ129	Стружка, монокристалл	C, S, Al	Июнь 2017 – сентябрь 2018
Концентрат железорудный	P1д	Порошок	Fe _{общ} , FeO, SiO ₂ , CaO, MgO, Al ₂ O ₃ , S, P	Август 2017 – октябрь 2018
Шлак сталеплавильный	Ш4д	Порошок	SiO ₂ , CaO, MgO, Al ₂ O ₃ , MnO, Fe _{общ} , FeO, TiO ₂ , S, P	Сентябрь 2017 – ноябрь 2018
Сталь углеродистая	ИСО УГ130	Стружка, монокристалл	C, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, Cu, As	Октябрь 2017 – декабрь 2018
Сталь легированная	ИСО УГ131	Стружка, монокристалл	C, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, Cu, N	Октябрь 2017 – декабрь 2018
Сталь углеродистая	ИСО УГ132	Стружка, монокристалл	C, Si, Mn, Cr, Ni, S, P, Cu, N	Ноябрь 2017 – январь 2019
Бронза алюминиевая	ИСО БР1	Стружка, монокристалл	Al, Fe, Mn, Ni, Si, Sn, Pb, Zn, P	Декабрь 2017 – февраль 2019
	ИСО БР2	Стружка, монокристалл	Al, Fe, Mn, Ni, Si, Sn, Pb, Zn, As, Sb, P	Декабрь 2017 – февраль 2019

ЛИТЕРАТУРА

1. Степановских В. В. К 80-летию российских стандартных образцов для черной металлургии и 50-летию Института стандартных образцов / Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 5 – 16.
2. МУ МО 14-1-9-88. Методические указания. Статистический контроль качества работы аналитических лабораторий предприятий и организаций черной металлургии. — Свердловск: Институт стандартных образцов ЦНИИЧМ, 1988. — 12 с.
3. ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 (ISO/IEC 17043:2010, IDT) Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. — М.: Стандартинформ, 2014. — 40 с.
4. Приказ Минэкономразвития России от 30 мая 2014 г. № 326 «Об утверждении критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации».
5. ГОСТ Р ИСО 13528 – 2010 (ISO 13528:2005, IDT). Статистические методы. Применение при экспериментальной проверке компетентности посредством межлабораторных сравнительных испытаний. — М.: Стандартинформ, 2012. — 61 с.
6. СТО 20872050.СМК.СК.09–2013. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов металлургических материалов. — Екатеринбург: ЗАО «Институт стандартных образцов», 2013. — 35 с.
7. ГОСТ Р 54569–2011. Чугун, сталь, ферросплавы, хром и марганец металлургические. Нормы точности количественного химического анализа. — М.: Стандартинформ, 2012. — 16 с.
8. Рекомендация М 20–2010. Нормы точности количественного химического анализа материалов черной металлургии. — Екатеринбург: ЗАО «Институт стандартных образцов», 2010. — 42 с.
9. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 (ISO/IEC 17025:2005, IDT). Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. — М.: Стандартинформ, 2011. — 34 с.

REFERENCES

1. Stepanovskikh V. V. To the 80th anniversary of Russian certified reference materials for ferrous metallurgy and 50th anniversary of The Institute for Certified Reference Materials / Standard. Obraztsy. 2012. N 4. P 5 – 16 [in Russian].
2. MU MO 14-1-9-88. Methodical instructions. Statistical quality control of analytical laboratories of enterprises and organizations of ferrous metallurgy. — Sverdlovsk: Izd. Institut standartnykh obraztsov TSNIICHM, 1988. — 12 p. [in Russian].

Рис. 2. Динамика количества участников программ проверок квалификации лабораторий

3. Interstate Standard GOST ISO/IEC 17043–2013 (ISO/IEC 17043:2010, IDT). Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. — Moscow: Standartinform, 2014. — 40 p. [in Russian].
4. Executive Order by the Ministry of Economic Development of Russia No. 326 dated 30 May, 2014 “On approval of accreditation criteria, of the list of documents required to substantiate an applicant’s or accredited entity’s conformity with accreditation criteria, and of the list of regulatory documents in the field of standardisation, compliance with which ensures an applicant’s or accredited entity’s conformity with accreditation criteria” [in Russian].
5. RF State Standard GOST R ISO 13528–2010 (ISO 13528:2005, IDT). Statistical methods. Using in proficiency testing by inter-laboratory comparison tests. — Moscow: Standartinform, 2012. — 61 p. [in Russian].
6. Standard of organization STO 20872050.SMK.SK.09–2013. Estimation of metrological characteristics of metallurgical reference materials. — Yekaterinburg: JSC “Institute of certified reference materials”, 2013. — 35 p. [in Russian].
7. RF State Standard GOST R 54569–2011. Cast iron, steel, ferroalloys, metallic chromium and manganese. Standards of accuracy of quantitative chemical analysis. — Moscow: Standartinform, 2012. — 16 p. [in Russian].
8. Recommendation M 20–2010. Standards of accuracy of quantitative chemical analysis of materials of ferrous metallurgy. — Yekaterinburg: JSC “Institute of certified reference materials”, 2010. — 42 p. [in Russian].
9. Interstate Standard GOST ISO/IEC 17025–2009 (ISO/IEC 17025:2005, IDT) General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. — Moscow: Standartinform, 2011. — 34 p. [in Russian].