

ника». Так, в одной из лабораторий в процессе настройки прибора лаборанты успели практически самостоятельно приготовить образцы сравнения буксовых смазок и, таким образом, кроме запланированной настройки спектрометра для анализа моторного масла была выполнена и настройка для анализа буксовых смазок. В другой лаборатории на момент внедрения не была готова врезка в вытяжную вентиляцию и спектральный комплекс лаборатории совместно с сервис-инженерами монтировали врезку. Пришлось начинать монтаж спектрального комплекса во время отделочных работ в лаборатории.

Для оперативного решения вопросов, возникающих в процессе эксплуатации спектроаналитических комплексов, компанией «ВМК-Оптоэлектроника» предусмотрена многоканальная телефонная связь (бесплатная для заказчика), в том числе и с мобильных телефонов. В целях оказания помощи в настройке или разрешения иных возникающих вопросов можно переслать рабочие файлы со спектрами из лаборатории в компанию. Конечно, лучшим вариантом на постгарантийный период является заключение до-

говора на техническую поддержку, предусматривающего командировки сервис-инженеров для снятия накопившихся вопросов и дополнительного обучения (по необходимости или периодически).

Стабильность работы и качество выполнения анализа обеспечивают ежегодной поверкой прибора, термостатированием фотодиодной линейки и периодической проверкой градуировочных графиков.

Для удобства работы программа «Атом» содержит дополнительные средства визуализации, возможности настройки и «встроенные справочники». Возможность размещения в штативе комплекса «Экспресс-Ойл» проб сплавов, масел и смазок показана на рис. 4.

Таким образом, спектрометрические комплексы «Экспресс-Ойл», а также другие спектральные установки с анализатором МАЭС с учетом имеющихся в России НТД и наборов ГСО могут выполнять роль основного средства для определения как элементов износа, так и марок сплавов на основе железа, меди, алюминия и никеля. Такая универсальность особенно важна для малобюджетных лабораторий.

УДК 006.9:53.089.68:543.42:669.14

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ЧУГУНА И СТАЛИ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА, РАЗРАБОТАННЫЕ ЗАО «ИНСТИТУТ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ»

© В. В. Степановских¹

Статья поступила 18 октября 2016 г.

Рассмотрены состояние и перспективы разработки стандартных образцов в современных условиях. Представлены метрологические характеристики стандартных образцов чугуна и стали для спектрального анализа, разработанных ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО») за последние 5 лет.

Ключевые слова: стандартный образец чугуна; стандартный образец стали; испытания стандартных образцов; спектральный анализ.

Институт стандартных образцов был организован в 1963 г. и уже более 50 лет выпускает стандартные образцы (СО) [1]. В настоящее время ЗАО «ИСО» — основной изготовитель СО сырья и материалов металлургического производства в России и странах СНГ. По состоянию на 01.08.2016 г. в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений включено 528 типов ГСО, разработанных ЗАО «ИСО», что составляет более 14 % всех СО утвержденного типа (ГСО) в России.

ЗАО «ИСО» аккредитован в соответствии с требованиями международного стандарта «Руководство

ИСО 34:2009» (ISO Guide 34). Аккредитация была проведена органом по аккредитации ААЦ «Аналитика»² с выдачей международного аттестата аккредитации № ААС.RM.00173.

Номенклатура выпускаемых ЗАО «ИСО» СО сырья и материалов металлургического производства включает следующие группы:

СО в дисперсной форме для химических и физико-химических методов анализа (стружка, поро-

¹ ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия; e-mail: vstepanovskikh@gmail.com

² Орган по аккредитации ААЦ «Аналитика» является участником соглашений о взаимном признании результатов аккредитации АPLAC и ILAC с 2009 г., а с 2013 г. получила признание в отношении аккредитации производителей стандартных образцов (<http://aac-analitica.ru>).

шок) — сталь, чугун, сплавы на никелевой основе, ферросплавы, железорудное сырье, руды хромовые, концентраты марганцеворудные, порошок железный, кокс, шлаки, флюсы, огнеупоры и пыль металлургических агрегатов;

СО в монолитной форме для спектрального анализа — сталь, чугун, сплавы на никелевой основе.

Разработка, аттестация и утверждение СО в современных условиях

Утверждение СО в Росстандарте и внесение их в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений вызывает в настоящее время определенные трудности у большинства разработчиков. Это вызвано введением федеральным законом «Об обеспечении единства измерений» [2] нового порядка утверждения СО «...на основании положительных результатов испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа». Испытания стандартных образцов в целях утверждения типа — это работы по определению метрологических и технических характеристик однотипных стандартных образцов, проводимые юридическими лицами, которые аккредитованы в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации на выполнение испытаний в целях утверждения типа [2]. Порядок и критерии аккредитации в области обеспечения единства измерений на выполнение испытаний СО были установлены только в июле 2014 г. после введения в действие Федерального закона «Об аккредитации в национальной системе аккредитации» [3]. Таким образом, до середины 2014 г. аккредитация в указанной области не проводилась.

Приказом Минпромторга России от 25 июня 2013 г. № 970 был утвержден «Административный регламент по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений», который усложнил и без того не простую ситуацию с утверждением СО, а также с продлением срока действия свидетельств об утверждении типов СО. В сентябре 2015 г. группа отечественных разработчиков СО обратилась в Минпромторг РФ с открытым письмом, в котором отмечалась необходимость коренного пересмотра нормативно-правовых актов Минпромторга России по утверждению и испытаниям стандартных образцов в целях утверждения типа упрощения процедур рассмотрения, а в дальнейшем — внесения изменений в Федеральный закон с целью отмены процедуры испытаний СО в целях утверждения типа [4].

В ноябре 2015 г. в Торгово-промышленной палате РФ состоялась «круглый стол» на тему: «Обеспечение единства измерений (ОЕИ) как основа качества про-

дукции и национальной безопасности: состояние и перспективы», организованный Комитетом по качеству продукции ТПП РФ, на котором были обсуждены существующие проблемы, связанные с состоянием нормативно-правовой базы в области стандартных образцов [5]. Принятая по итогам обсуждения Резолюция направлена в профильные ведомства и организации. В настоящее время ситуация не поменялась, проблемы утверждения СО сохранились.

С целью решения указанных проблем при утверждении разрабатываемых СО ЗАО «ИСО» в 2015 г. прошло аккредитацию в национальной системе аккредитации «в области обеспечения единства измерений на право выполнения работ по испытаниям СО в целях утверждения типа» (Аттестат аккредитации № RA.RU.311182).

Состояние отечественной черной металлургии в 2015 г.

По данным Ассоциации World Steel Association (<http://www.worldsteel.org>) Россия занимает 6-е место в мире по объемам выплавки стали: в 2015 г. в нашей стране было выплавлено 69,4 млн т стали (снижение объемов производства по отношению к 2014 г. составило 1,8 %).

Показатели производства в черной металлургии по данным Росстата РФ за 2015 г. приведены в табл. 1.

Применение СО при контроле качества металлопродукции является необходимым условием для обеспечения достоверности получаемых результатов анализа.

Несмотря на кризис, объемы реализации СО для спектрального анализа в ЗАО «ИСО» в 2015 г. выросли на 5,2 %, в том числе СО сталей — на 3,5 %, а СО чугунов — на 16,8 % по отношению к 2014 г.

В 2012 – 2016 гг. в ЗАО «ИСО» разработано 38 СО стали, сплавов и 19 СО чугуна для спектрального анализа. Образцы традиционно объединены в комплекты. В процессе разработки и аттестации комплектов оценена однородность материала СО. Установление аттестуемых значений СО проведено либо методом межлабораторной аттестации, либо методом сравнения с

Таблица 1. Показатели производства в черной металлургии в 2015 г.

| Показатель | млн т | Изменение за год, % |
|----------------------------|-------|---------------------|
| Добыча железной руды | 72,7 | +7,9 |
| Производство кокса | 26,0 | -1,9 |
| Выплавка чугуна | 53,7 | +4,4 |
| Выплавка стали | 69,4 | -1,8 |
| Прокат черных металлов | 60,3 | -1,5 |
| Производство стальных труб | 11,4 | +1,2 |

образцами утвержденного типа (ГСО) с применением методов «мокрой» химии.

Стандартные образцы стали

Перечень разработанных за последние 5 лет СО стали для спектрального анализа представлен в табл. 2.

Комплект СО ИСО УГ115 – ИСО УГ119 (ГСО 10173–2012) включает конструкционную легированную, трубную и пружинную стали. СО изготовлены из стали типа 12ХН2, 40ХН, 09Г2С, 35ХГСА, 55С2А. Аттестованные содержания элементов приведены в табл. 3.

Дополнительно к этому комплекту выпущен единственный СО стали 09Г2С ИСО УГ125. Образец изго-

Таблица 2. Перечень комплектов СО стали и сплавов для спектрального анализа, разработанных в 2012 – 2016 гг.

| Индекс СО | Тип стали, назначение | Тип (марка) стали |
|-----------------------|--|--|
| ИСО УГ115 – ИСО УГ119 | Конструкционная легированная, трубная, пружинная | 12ХН2, 40ХН, 09Г2С, 35ХГСА, 55С2А |
| ИСО УГ125 | Повышенной прочности для труб | 09Г2С |
| ИСО ЛГ65 – ИСО ЛГ68 | Износостойкая (сталь Гадфильда) | 110Г13Л, 45Г17Ю3, 90Г29Ю9ВБМ-Ш |
| ИСО УГ120 – ИСО УГ124 | Повышенной прочности для листов и труб, качественная нелегированная | 10ХСНД, 35, 15ХСНД, 45, 14Г2 |
| ИСО УГ0к – ИСО УГ9к | Низкоуглеродистая, конструкционная, пружинная, легированная инструментальная | 13Х, 55С2, 05кп, 38Х2МЮА, 60С2, 38Х2Н2МА, 36Х2Н2МФА, 30ХН2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф |
| ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 | Коррозионно-стойкая, жаропрочная | 12Х18Н9Т, 08Х18Н10Т, 10Х17Н13М2Т, 10Х23Н18, 36Х18Н25С2, 08Х15Н24В4ТР |
| ИСО ЛГ76-ИСО ЛГ82 | Жаропрочные, сплавы жаростойкие на железной и железоникелевой основе | 45Х14Н14В2М, 09Х16Н4Б, 31Х19Н9МВБТ, 20Х25Н20С2, 10Х11Н23Т3МР и сплавов на железоникелевой основе типов 12ХН35ВТ, 06ХН28МДТ |

Таблица 3. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО УГ115 – ИСО УГ119

| Элемент | Индекс СО | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|--------|-------|
| | ИСО УГ115 | ИСО УГ116 | ИСО УГ117 | ИСО УГ118 | ИСО УГ119 | | |
| C | 0,115 | 0,41 | 0,064 | (0,4) | 0,55 | 0,064 | 0,55 |
| Si | 0,227 | 0,246 | 0,6 | 1,26 | 1,63 | 0,227 | 1,63 |
| Mn | 0,43 | 0,59 | 1,41 | 0,86 | 0,70 | 0,43 | 1,41 |
| Cr | 0,81 | 0,89 | 0,129 | 1,19 | 0,195 | 0,129 | 1,19 |
| Ni | 1,63 | 1,13 | 0,072 | 0,088 | 0,142 | 0,072 | 1,63 |
| Mo | 0,0126 | 0,044 | (0,5) | 0,0100 | 0,0113 | 0,01 | 0,044 |
| Ti | 0,0014 | 0,0022 | 0,018 | 0,0080 | 0,0030 | 0,0014 | 0,018 |
| Cu | 0,173 | 0,221 | 0,214 | 0,213 | 0,207 | 0,173 | 0,221 |
| Al | 0,024 | 0,026 | 0,018 | 0,024 | 0,039 | 0,018 | 0,039 |
| S | 0,012 | 0,027 | 0,021 | 0,0072 | (0,2) | 0,0072 | 0,027 |
| P | 0,0084 | 0,012 | 0,012 | 0,011 | 0,012 | 0,0084 | 0,012 |
| N | 0,013 | 0,0089 | 0,0085 | 0,0086 | 0,0047 | 0,0047 | 0,013 |

Таблица 4. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО ЛГ65 – ИСО ЛГ68

| Элемент | Индекс СО | | | | Min | Max |
|---------|-----------|----------|----------|----------|-------|-------|
| | ИСО ЛГ65 | ИСО ЛГ66 | ИСО ЛГ67 | ИСО ЛГ68 | | |
| C | 1,19 | 0,44 | 0,39 | 0,89 | 0,39 | 1,19 |
| Si | 0,49 | 0,41 | 0,31 | — | 0,31 | 0,49 |
| Mn | 12,2 | 16,1 | 20,9 | 28,8 | 12,2 | 28,8 |
| Ni | 0,11 | 0,059 | 0,11 | 0,20 | 0,059 | 0,2 |
| Cr | 0,19 | 0,30 | 0,19 | 0,13 | 0,13 | 0,3 |
| Cu | 0,119 | 0,104 | 0,090 | 0,11 | 0,09 | 0,119 |
| S | 0,0033 | 0,010 | 0,007 | 0,003 | 0,003 | 0,01 |
| P | 0,080 | 0,031 | 0,020 | (0,02) | 0,02 | 0,08 |
| Al | 0,006 | 2,6 | 2,88 | 8,6 | 0,006 | 8,6 |
| Mo | — | — | — | 0,46 | — | — |
| V | — | — | 1,09 | — | — | — |
| Nb | — | — | — | 0,46 | — | — |

товлен ООО «ТК «ОМЗ-Ижора» в форме прямой призмы с основанием в виде квадрата со стороной

35 мм, высотой 28 – 32 мм и имеет следующие аттестованные значения (%): С — 0,086; Si — 0,554;

Таблица 5. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта СО ИСО УГ120 – ИСО УГ124

| Элемент | Индекс СО | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | УГ120 | УГ121 | УГ122 | УГ123 | УГ124 | | |
| C | 0,096 | (0,3) | (0,1) | 0,45 | 0,165 | 0,096 | 0,45 |
| Si | 0,96 | 0,244 | 0,396 | 0,216 | 0,384 | 0,216 | 0,96 |
| Mn | 0,685 | 0,55 | 0,433 | 0,552 | 1,41 | 0,433 | 1,41 |
| Cr | 0,75 | 0,126 | 0,72 | 0,111 | 0,035 | 0,035 | 0,75 |
| Ni | 0,634 | 0,078 | 0,378 | 0,084 | 0,015 | 0,015 | 0,634 |
| V | 0,0078 | 0,0018 | 0,0040 | 0,0019 | 0,0043 | 0,0018 | 0,0078 |
| Cu | 0,447 | 0,18 | 0,288 | 0,196 | 0,020 | 0,02 | 0,447 |
| Al | 0,011 | 0,023 | — | 0,024 | 0,039 | 0,011 | 0,039 |
| S | (0,02) | 0,027 | (0,02) | 0,026 | 0,032 | 0,026 | 0,032 |
| P | 0,027 | 0,014 | (0,02) | 0,016 | 0,019 | 0,014 | 0,027 |
| N | (0,008) | 0,0068 | 0,0038 | 0,0078 | 0,0072 | 0,0038 | 0,0078 |

Таблица 6. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО УГ0к – ИСО УГ9к

| Элемент | Индекс СО | | | | | | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|--------|--------|
| | ИСО УГ0к | ИСО УГ1к | ИСО УГ2к | ИСО УГ3к | ИСО УГ4к | ИСО УГ5к | ИСО УГ6к | ИСО УГ7к | ИСО УГ8к | ИСО УГ9к | | |
| C | 1,321 | 0,51 | 0,0067 | 0,38 | 0,695 | 0,088 | 0,107 | 0,33 | 0,192 | 0,294 | 0,0067 | 1,321 |
| Si | 0,244 | 1,51 | 0,084 | 0,453 | 1,61 | 0,135 | 0,342 | 0,217 | 0,61 | 0,235 | 0,084 | 1,61 |
| Mn | 0,268 | 0,659 | 0,036 | 0,644 | 0,834 | 0,177 | 0,225 | 0,71 | 1,82 | 0,616 | 0,036 | 1,82 |
| Cr | 0,596 | 0,067 | 0,034 | 1,83 | 0,130 | 1,51 | 1,41 | 0,99 | 0,729 | 0,170 | 0,034 | 1,83 |
| Ni | 0,353 | 0,190 | 0,073 | 0,243 | 0,156 | 1,87 | 2,04 | 2,28 | 0,348 | 0,144 | 0,073 | 2,28 |
| W | (0,006) | 0,074 | — | 0,006 | 0,006 | 0,43 | 0,41 | 0,34 | — | 1,34 | 0,006 | 1,34 |
| Mo | 0,052 | 0,051 | 0,0055 | 0,042 | 0,089 | 0,049 | 0,339 | 0,248 | 0,030 | 0,282 | 0,0055 | 0,339 |
| Ti | 0,017 | 0,016 | 0,0070 | 0,161 | 0,0044 | 0,027 | 0,128 | 0,0018 | 0,0034 | 0,163 | 0,0018 | 0,163 |
| V | 0,0037 | 0,042 | — | 0,0053 | 0,0239 | 0,121 | 0,194 | 0,234 | — | 1,25 | 0,0037 | 1,25 |
| Cu | 0,265 | 0,096 | 0,063 | 0,23 | 0,05 | 0,49 | 0,626 | 0,0184 | 0,198 | 0,169 | 0,0184 | 0,626 |
| Al | 0,101 | 0,015 | 0,203 | 0,84 | 0,064 | 0,47 | 0,46 | 0,072 | 0,082 | 0,280 | 0,015 | 0,84 |
| Nb | 0,0033 | 0,091 | — | — | 0,03 | (0,003) | — | 0,123 | (0,003) | — | 0,0033 | 0,123 |
| S | 0,0044 | 0,0042 | 0,0054 | 0,0077 | 0,0060 | 0,0055 | 0,0067 | 0,0075 | (0,005) | (0,003) | 0,0042 | 0,0077 |
| P | 0,009 | 0,0053 | 0,0036 | 0,0104 | 0,031 | 0,0067 | 0,0068 | (0,003) | 0,0064 | — | 0,0036 | 0,031 |
| Sn | 0,0043 | 0,0030 | 0,0017 | 0,0057 | — | 0,0036 | 0,0023 | 0,0006 | 0,0052 | 0,0017 | 0,0006 | 0,0057 |
| N | 0,0120 | 0,0164 | (0,006) | 0,012 | 0,0192 | 0,0059 | 0,0156 | 0,0172 | 0,0185 | 0,015 | 0,0059 | 0,0192 |

Таблица 7. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75

| Элемент | Индекс СО | | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|----------|----------|----------|----------|----------|--------|-----|
| | ИСО ЛГ70 | ИСО ЛГ71 | ИСО ЛГ72 | ИСО ЛГ73 | ИСО ЛГ74 | ИСО ЛГ75 | | |
| C | 0,042 | 0,064 | 0,072 | 0,098 | 0,373 | 0,027 | 0,373 | |
| Si | 0,382 | 0,602 | 0,334 | 0,570 | 2,49 | 0,298 | 2,49 | |
| Mn | 0,834 | 1,33 | 1,32 | 1,26 | 0,962 | 0,728 | 1,33 | |
| Cr | 17,1 | 17,63 | 16,36 | 22,60 | 18,30 | 14,80 | 14,8 | |
| Ni | 9,17 | 10,40 | 12,4 | 17,74 | 23,66 | 24,5 | 9,17 | |
| W | 0,0053 | 0,048 | 0,077 | 0,018 | 0,052 | 4,14 | 0,0053 | |
| Mo | 0,096 | 0,161 | 2,07 | 0,061 | 0,104 | 0,052 | 0,052 | |
| Ti | 0,305 | 0,473 | 0,57 | 0,0022 | 0,030 | 1,76 | 0,0022 | |
| Cu | 0,062 | 0,204 | 0,306 | 0,140 | 0,093 | 0,029 | 0,029 | |
| Al | 0,029 | 0,072 | 0,089 | — | 0,035 | 0,113 | 0,029 | |
| Co | 0,209 | 0,188 | 0,090 | 0,247 | 0,031 | 0,019 | 0,019 | |
| S | 0,0020 | 0,0072 | 0,0050 | 0,0073 | 0,0049 | 0,0026 | 0,0020 | |
| P | 0,042 | 0,032 | — | 0,019 | 0,024 | 0,0046 | 0,0046 | |
| N | 0,0134 | — | 0,0073 | 0,0319 | 0,030 | 0,0044 | 0,0044 | |

Таблица 8. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75

| Элемент | Индекс СО | | | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|--------|--------|
| | ИСО ЛГ76 | ИСО ЛГ77 | ИСО ЛГ78 | ИСО ЛГ79 | ИСО ЛГ80 | ИСО ЛГ81 | ИСО ЛГ82 | | |
| C | 0,445 | 0,101 | 0,074 | 0,313 | 0,097 | 0,104 | 0,056 | 0,056 | 0,445 |
| Si | 0,455 | 0,44 | 0,58 | 0,703 | 2,15 | 0,231 | 0,69 | 0,231 | 2,15 |
| Mn | 0,342 | 0,34 | 1,60 | 1,28 | 0,709 | 0,29 | 0,308 | 0,29 | 1,6 |
| Cr | 13,77 | 15,67 | 14,71 | 19,23 | 24,7 | 11,51 | 23,2 | 11,51 | 24,7 |
| Ni | 13,39 | 4,32 | 35,4 | 8,72 | 19,38 | 22,5 | 27,3 | 4,32 | 35,4 |
| W | 2,38 | 0,006 | 3,16 | 1,16 | 0,029 | 0,012 | 0,116 | 0,006 | 3,16 |
| Mo | 0,263 | 0,020 | 0,061 | 1,18 | 0,086 | 1,22 | 2,95 | 0,02 | 2,95 |
| Ti | 0,020 | — | 1,31 | — | 0,015 | 2,93 | 0,85 | 0,015 | 2,93 |
| V | 0,041 | 0,022 | 0,020 | 0,049 | 0,032 | 0,04 | 0,05 | 0,02 | 0,05 |
| Cu | 0,098 | 0,116 | 0,053 | 0,065 | 0,166 | 0,088 | 2,89 | 0,053 | 2,89 |
| Al | 0,034 | — | 0,15 | 0,059 | 0,025 | 0,409 | 0,076 | 0,025 | 0,409 |
| Nb | — | 0,109 | 0,004 | 0,47 | — | 0,004 | 0,037 | 0,004 | 0,47 |
| S | 0,0076 | 0,0021 | 0,0017 | 0,0036 | 0,0029 | 0,0014 | 0,0027 | 0,0014 | 0,0076 |
| P | 0,021 | 0,0149 | 0,017 | 0,017 | 0,025 | 0,0121 | 0,023 | 0,0121 | 0,025 |
| N | 0,031 | 0,054 | 0,0062 | — | 0,064 | — | 0,0076 | 0,0062 | 0,064 |

Таблица 9. Перечень комплектов СО чугуна для спектрального анализа, разработанных в 2012 – 2016 гг.

| Индекс СО | Тип чугуна | Тип, марка чугуна |
|---------------------|--|------------------------------------|
| ИСО ЧМ9 – ИСО ЧМ13 | Низколегированный коррозионно-стойкий, износостойкий чугун с магнием | ЧНМШ, ЧНХТ, ЧН2Х |
| ИСО ЧГ41 – ИСО ЧГ45 | Хромистый износостойкий чугун | ЧХ9Н5, ЧХ16М2, ЧХ22С, ЧХ28Д2, ЧХ32 |
| ЧГ1и – ЧГ6и | Передельный качественный и фосфористый чугун | ПФ1, ПФ3, П2, ПВК3 |
| ИСО ЧГ46 – ИСО ЧГ48 | Жаростойкий и коррозионно-стойкий чугун | ЧХ1, ЧНМШ, ЧХ2, ЧНХМДШ |

Таблица 10. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО ЧМ9 – ИСО ЧМ13

| Элемент | Индекс СО | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|----------|----------|----------|----------|--------|-------|
| | ИСО ЧМ9 | ИСО ЧМ10 | ИСО ЧМ11 | ИСО ЧМ12 | ИСО ЧМ13 | | |
| C | 2,61 | 2,89 | 2,26 | 3,17 | 2,96 | 2,26 | 3,17 |
| Si | 1,59 | 1,13 | 2,32 | 3,10 | 2,98 | 1,13 | 3,1 |
| Mn | 1,28 | 0,43 | 0,77 | 1,00 | 1,05 | 0,43 | 1,28 |
| S | 0,021 | 0,017 | 0,011 | 0,007 | 0,009 | 0,007 | 0,021 |
| P | 0,075 | 0,067 | 0,032 | 0,030 | 0,043 | 0,03 | 0,075 |
| Cr | 0,083 | 0,067 | 0,122 | 0,039 | 0,273 | 0,039 | 0,273 |
| Ni | 0,38 | 0,85 | 1,75 | 1,65 | 1,85 | 0,38 | 1,85 |
| V | 0,068 | 0,079 | 0,0044 | 0,0027 | 0,0096 | 0,0027 | 0,079 |
| Ti | 0,027 | 0,028 | 0,014 | 0,013 | 0,018 | 0,013 | 0,028 |
| Cu | 0,095 | 0,082 | 0,067 | 0,062 | 0,062 | 0,062 | 0,095 |
| Al | 0,016 | 0,005 | 0,035 | 0,050 | 0,065 | 0,005 | 0,065 |
| Mg | 0,011 | 0,024 | 0,066 | — | 0,09 | 0,011 | 0,09 |

Mn — 1,47; Cr — 0,102; Ni — 0,230; V — 0,035; Cu — 0,147; S — 0,0021; P — 0,0044; N — 0,0112.

Комплект СО ИСО ЛГ65 – ИСО ЛГ68³ (ГСО 10310–2013) включает износостойкие стали (сталь Гадфильда). СО изготовлены из стали типа 110Г13Л, 45Г17Ю3, 90Г29Ю9ВБМ-Ш. Аттестованные характеристики приведены в табл. 4.

Комплект СО ИСО УГ120 – ИСО УГ124 (ГСО 10231–2013) включает сталь повышенной прочности для листов и труб, качественную нелегированную. СО

³ Комплект СО ИСО ЛГ65 – ИСО ЛГ68 разработан ЗАО «ИСО» совместно с ЧАО «Металл и Качество» (г. Запорожье, Украина).

изготовлены из стали типов 10ХСНД, 35, 15ХСНД, 45, 14Г2. Аттестованные характеристики приведены в табл. 5.

Комплект ИСО УГ0к – ИСО УГ9к (ГСО 105040–2014) включает низкоуглеродистую, конструкционную, пружинную, легированную инструментальную стали. СО изготовлены из стали типа 13Х, 55С2, 05кп, 38Х2МЮА, 60С2, 38Х2Н2МА, 36Х2Н2МФА, 30ХН2МФА, Св-08ХГ2С, 30 и В2Ф. Аттестованные характеристики приведены в табл. 6.

Диапазоны содержания аттестованных элементов в комплекте УГ0к – УГ9к (Min – Max, %) обеспечивают градуировку спектральных приборов при контроле

Таблица 11. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО ЧГ41 – ИСО ЧГ45

| Элемент | Индекс СО | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|----------|----------|----------|----------|-------|-------|
| | ИСО ЧГ41 | ИСО ЧГ42 | ИСО ЧГ43 | ИСО ЧГ44 | ИСО ЧГ45 | | |
| C | 3,53 | 2,27 | 0,60 | 1,24 | — | 0,6 | 3,53 |
| Si | 1,08 | 0,478 | 3,87 | 1,50 | 2,96 | 0,478 | 3,87 |
| Mn | 0,323 | 2,43 | 1,26 | 0,87 | 1,01 | 0,323 | 2,43 |
| S | 0,015 | 0,017 | 0,015 | 0,076 | 0,047 | 0,015 | 0,076 |
| P | 0,032 | 0,022 | 0,052 | — | 0,096 | 0,022 | 0,096 |
| Cr | 8,58 | 14,45 | 22,79 | 25,44 | 32,65 | 8,58 | 32,65 |
| Ni | 5,44 | 0,149 | 0,280 | 0,175 | 0,60 | 0,149 | 5,44 |
| Mo | 0,603 | 1,90 | — | 0,035 | 0,198 | 0,035 | 1,9 |
| V | 0,204 | 0,38 | 0,028 | 0,079 | 0,111 | 0,028 | 0,38 |
| Ti | 0,255 | — | 0,036 | 0,104 | 0,011 | 0,011 | 0,255 |
| Cu | 0,494 | 1,09 | 0,240 | 2,27 | 0,040 | 0,04 | 2,27 |

Таблица 12. Аттестованные содержания элементов (%) комплекта ЧГ1и – ЧГ6и

| Элемент | Индекс СО | | | | | | Min | Max |
|---------|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | ЧГ1и | ЧГ2и | ЧГ3и | ЧГ4и | ЧГ5и | ЧГ6и | | |
| C | 3,61 | 3,93 | 3,54 | 3,24 | 3,51 | 2,65 | 2,65 | 3,93 |
| Si | 1,13 | 0,387 | 0,516 | 0,455 | 0,84 | 0,53 | 0,387 | 1,13 |
| Mn | 1,12 | 0,456 | 0,387 | 1,42 | 0,60 | 0,83 | 0,387 | 1,42 |
| S | 0,038 | 0,078 | 0,053 | 0,024 | 0,036 | 0,027 | 0,024 | 0,078 |
| P | 0,184 | 0,513 | 0,037 | 0,030 | 0,104 | 0,54 | 0,03 | 0,54 |
| Cr | 0,017 | 0,060 | 0,100 | 0,155 | 0,307 | 0,241 | 0,017 | 0,307 |
| V | 0,006 | 0,049 | 0,096 | 0,169 | 0,441 | 0,130 | 0,006 | 0,441 |
| Ti | 0,014 | 0,080 | 0,125 | 0,10 | (0,1) | 0,028 | 0,014 | 0,125 |
| Cu | 0,041 | 0,082 | 0,123 | 0,199 | 0,037 | 0,34 | 0,037 | 0,34 |

Примечание. Содержание мышьяка в с ЧГ1и – ЧГ6и ориентировочно составляет 0,002 – 0,004 %.

показателей качества большинства марок углеродистой и низколегированной стали.

Комплект ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 (ГСО 10756–2016) включает коррозионно-стойкие, жаропрочные стали. СО изготовлены из стали типов 12X18H9T, 08X18H10T, 10X17H13M2T, 10X23H18, 36X18H25C2, 08X15H24B4TP (ГОСТ 5632–72). Аттестованные характеристики приведены в табл. 7.

Комплект ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82 (ГСО 10744–2016) включает жаропрочные, жаростойкие стали и сплавы на железоникелевой основе. СО изготовлены из сталей типов 45X14H14B2M, 09X16H4B, 31X19H9MBBT, 20X25H20C2, 10X11H23T3MP и сплавов на железоникелевой основе типов 12XH35BT, 06XH28MДТ. Аттестованные характеристики приведены в табл. 8.

Стандартные образцы чугуна

Перечень разработанных за последние 5 лет СО чугуна для спектрального анализа представлен в табл. 9.

Комплект ИСО ЧМ9 – ИСО ЧМ13 (ГСО 10134–2012) включает низколегированный коррозионно-стойкий, износостойкий чугун с магнием. СО изготовлены из чугуна типов ЧНМШ, ЧНХТ, ЧН2Х. Аттестованные характеристики приведены в табл. 10.

Таблица 13. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплекта ИСО ЧГ46 – ИСО ЧГ48

| Элемент | ИСО ЧГ46 | ИСО ЧГ47 | ИСО ЧГ48 |
|---------|----------|----------|----------|
| C | 1,87 | 2,43 | 3,44 |
| Si | 3,24 | 2,73 | 0,923 |
| Mn | 0,067 | 0,949 | 0,100 |
| Cr | 0,666 | 1,89 | 0,032 |
| Ni | 0,025 | 0,029 | 1,15 |
| S | 0,108 | 0,083 | 0,0039 |
| P | 0,0106 | 0,099 | 0,0070 |
| Cu | 0,0109 | 0,0104 | 0,90 |
| Al | — | 0,0056 | 0,049 |
| Mo | 0,63 | 0,0019 | 0,591 |
| V | 0,109 | 0,129 | 0,0016 |
| Ti | — | 0,041 | 0,0021 |
| Mg | — | — | 0,072 |
| Co | — | 0,0042 | 0,044 |
| As | — | 0,014 | 0,0020 |
| Sn | — | 0,093 | 0,0016 |
| Sb | 0,140 | 0,040 | 0,0015 |

Комплект СО ИСО ЧГ41 – ИСО ЧГ45 (ГСО 10215–2013) включает хромистый износостойкий чугун. СО изготовлены из чугуна типов ЧХ9Н5, ЧХ16М2, ЧХ22С, ЧХ28Д2, ЧХ32 (ГОСТ 7769–82). Аттестованные характеристики приведены в табл. 11.

Таблица 14. Аттестованные содержания элементов (%) в СО комплектов ЧГ24 – ЧГ28 и ИСО ЧГ66 – ИСО ЧГ48

| C | Si | Mn | S | P | Cr | Ni | V |
|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 1,87 | 0,923 | 0,067 | 0,0035 | 0,0070 | 0,031 | 0,022 | 0,0016 |
| 2,43 | 1,46 | 0,100 | 0,0039 | 0,0090 | 0,032 | 0,025 | 0,0020 |
| 3,05 | 1,82 | 0,126 | 0,0041 | 0,0106 | 0,050 | 0,029 | 0,0067 |
| 3,29 | 2,22 | 0,245 | 0,0048 | 0,025 | 0,127 | 0,166 | 0,040 |
| 3,44 | 2,50 | 0,414 | 0,015 | 0,044 | 0,162 | 0,38 | 0,086 |
| 3,53 | 2,73 | 0,68 | 0,029 | 0,099 | 0,25 | 0,87 | 0,109 |
| 3,74 | 2,98 | 0,923 | 0,083 | 0,123 | 0,666 | 1,15 | 0,129 |
| | 3,24 | 1,49 | 0,108 | 0,26 | 1,89 | 1,52 | 0,16 |
| Mo | Ti | Cu | Al | Mg | Sb | Sn | Co |
| 0,0019 | 0,0021 | 0,0104 | 0,0056 | 0,010 | 0,0015 | 0,0016 | 0,0042 |
| 0,0024 | 0,0026 | 0,0109 | 0,007 | 0,015 | 0,009 | 0,0017 | 0,044 |
| 0,031 | 0,0041 | 0,014 | 0,008 | 0,037 | 0,015 | 0,017 | |
| 0,075 | 0,017 | 0,100 | 0,009 | 0,044 | 0,029 | 0,031 | |
| 0,147 | 0,041 | 0,348 | 0,015 | 0,072 | 0,04 | 0,077 | |
| 0,253 | 0,056 | 0,79 | 0,038 | | 0,052 | 0,093 | |
| 0,591 | 0,060 | 0,90 | 0,049 | | 0,136 | 0,115 | |
| 0,63 | | 1,29 | | | | | |

Таблица 15. Перечень комплектов СО, выпущенных в 2012 – 2016 гг., и утвержденных ранее комплектов, с которыми выполнена проверка согласованности

| Индекс нового комплекта СО | Комплекты СО, использованные для сличения |
|----------------------------|---|
| ИСО УГ0к – ИСО УГ9к | УГ0и – УГ9и, УГ108 – УГ114, УГ115 – УГ119, УГ120 – УГ124 |
| ИСО УГ115 – ИСО УГ119 | УГ0и – УГ9и, РГ24а – РГ31а, УГ87 – УГ92, УГ93 – УГ97, УГ108 – УГ114, УГ17е – УГ21е, УГ120 – УГ124 |
| ИСО УГ120 – ИСО УГ124 | УГ0и – УГ9и, РГ24а – РГ31а, УГ87 – УГ92, УГ93 – УГ97, УГ108 – УГ114, УГ17е – УГ21е, УГ115 – УГ119 |
| ИСО УГ125 | УГ87 – УГ92, УГ93 – УГ97, УГ108 – УГ114, УГ115 – УГ119, УГ120 – УГ124 |
| ИСО ЛГ65 – ИСО ЛГ68 | ЛГ51 – ЛГ55 |
| ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 | ЛГ56 – ЛГ64, ЛГ32д – ЛГ36д |
| ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82 | ИСО ЛГ56 – ИСО ЛГ64, ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 |
| ЧГ1и – ЧГ6и | ЧГ1е – ЧГ6е, ЧГ30 – ЧГ34, ЧГ35 – ЧГ40 |
| ИСО ЧГ41 – ИСО ЧГ45 | ЧГ24 – ЧГ28 |
| ИСО ЧМ9 – ИСО ЧМ13 | ЧМ5а – ЧМ8а, ЧГ18 – ЧГ23, ЧГ24 – ЧГ28 |
| ИСО ЧГ46 – ИСО ЧГ48 | ЧГ24 – ЧГ28, ЧГ1е – ЧГ6е, ЧЛ1а – ЧЛ4а |

Комплект ЧГ1и – ЧГ6и (ГСО 2482-93П – 2487-93П) включает передельный качественный и фосфористый чугуны. СО изготовлены из чугуна типов ПФ1, ПФ3, П2, ПВК3. Аттестованные характеристики приведены в табл. 12.

Комплект ИСО ЧГ46 – ИСО ЧГ48 включает жаростойкий и коррозионно-стойкий чугуны. СО изготовлены из чугуна типов ЧХ1, ЧНМШ, ЧХ2, ЧНХМДШ. Аттестованные характеристики приведены в табл. 13.

Комплект ИСО ЧГ46 – ИСО ЧГ48 разработан в дополнение к ранее выпущенному комплекту СО ЧГ24 – ЧГ28 чугуна типа ЛР3, АЧВ-1, АЧВ-2, Л5, ЧВГ45, изготовленному по той же технологии, и позволяет расширить диапазоны определяемых содержаний многих элементов. В табл. 14 представлены значения аттестованных характеристик в СО обоих комплектов в порядке возрастания (аттестованные в комплекте ИСО ЧГ46 – ИСО ЧГ48 значения выделены жирным шрифтом).

В процессе аттестации комплектов СО для спектрального анализа проводится проверка согласованности (сличение) значений аттестованных характеристик с характеристиками ранее разработанных комплектов СО в спектральной лаборатории испытательного аналитического центра ЗАО «ИСО» (аттестат аккредитации РОСС RU.0001.510008). В табл. 15 приведена информация о комплектах, с которыми была выполнена проверка согласованности. Результаты проверки согласованности положительные.

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. 8 – 16.
2. Федеральный закон от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ (ред. от 13.07.2015 г.) «Об обеспечении единства измерений».
3. Федеральный закон от 28.12.2013 г. № 412-ФЗ (ред. от 23.06.2014 г., с изм. от 02.03.2016 г.) «Об аккредитации в национальной системе аккредитации».

4. Атанов А. Н., Болдырев И. В., Карпюк Л. А. и др. Семь раз отмерь, один раз отрежь: вновь о проблемах стандартных образцов / Контроль качества продукции. 2015. № 11. С. 27 – 33.
5. Роль государства и бизнеса в обеспечении единства измерений / Контроль качества продукции. 2016. № 1. С. 6 – 12.

REFERENCES

1. Stepanovskikh V. V. K 80-letiyu rossiiskikh standartnykh obraztsov dlya chernoii metallurgii i 50-letiyu Instituta standartnykh obraztsov [On the 80th anniversary of the Russian reference materials for the ferrous metal-

- lurgy and 50th anniversary of the Institute for Certified Reference Materials] / Standart. Obraztsy. 2012. N 4. P. 8 – 16 [in Russian].
2. RF Federal law from 26.06.2008 N 102-FZ “On ensuring of uniformity of measurements” [in Russian].
3. RF Federal law from 28.12.2013 N 412-FZ “On accreditation in national accreditation system” [in Russian].
4. Atanov A. N., Boldyrev I. V., Karpyuk L. A., et al. Sem’ raz otmer’, odin raz otrezh’: vnov’ o problemakh standartnykh obraztsov [Measure twice, cut once: again about the problems of reference materials] / Kontrol’ Kach. Prod. 2015. N 11. P. 27 – 33 [in Russian].
5. Rol’ gosudarstva i biznesa v obespechenii edinstva izmerenii [The role of government and business to ensure the unity of measurements] / Kontrol’ Kach. Prod. 2016. N 1. P. 6 – 12 [in Russian].

УДК 543.423.1

ВОЗМОЖНОСТИ УСТАНОВКИ ИСКРОВОГО ПРОБООТБОРА ДЛЯ АНАЛИЗА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ¹

© Д. Ю. Троицкий, Н. С. Медведев, А. И. Сапрыкин²

Статья поступила 4 октября 2016 г.

Оценены возможности установки искрового пробоотбора «Аспект» производства «ВМК-Оптоэлектроника» для анализа сталей методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС). Изучено влияние длительности и частоты импульсов, силы тока искрового разряда на характер эрозии поверхности пробы, а также размер и количество образующихся частиц аэрозоля. Получены зависимости аналитического сигнала определяемых элементов от продолжительности действия искрового разряда, найдена оптимальная продолжительность предварительного обжигания. Показано, что пределы обнаружения Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, P, Si, V при ИСП-АЭС анализе стали с искровым пробоотбором находятся в диапазоне от $n \cdot 10^{-5}$ до $n \cdot 10^{-2}$ % масс. Проверка правильности ИСП-АЭС анализа стали с искровым пробоотбором с использованием ГСО показала хорошую согласованность полученных результатов с аттестованными значениями.

Ключевые слова: атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой; искровой пробоотбор; анализ сталей и сплавов.

ИСП-АЭС в настоящее время является распространенным методом количественного химического анализа объектов различной природы. Этот метод характеризуют многоэлементность (более 60 определяемых элементов), широкий динамический диапазон (6 – 8 порядков величины) и низкие пределы обнаружения (до 10^{-8} % масс.). Стандартным способом подготовки твердых проб для анализа методом ИСП-АЭС является их растворение в кислотах с последующей подачей 10^2 – 10^3 -кратно разбавленных растворов в виде аэрозолей в источник возбуждения — ИСП. Отметим, что растворение проб часто сопряжено с трудностями, связанными с неполнотой их перевода в раствор. К не-

достаткам растворения (особенно при анализе высокочистых веществ) также относят особые требования к чистоте используемых реактивов, увеличение продолжительности и трудоемкости анализа. В ходе инструментального развития метода ИСП-АЭС были разработаны альтернативные способы введения твердых проб в ИСП: в частности, искровой пробоотбор наиболее подходит для ИСП-АЭС анализа твердых электропроводящих образцов [1]. Принцип действия искрового пробоотбора основан на воздействии искрового разряда, создаваемого между поверхностью образца и противоэлектродом из тугоплавкого материала (вольфрама). Образующийся под действием разряда аэрозоль твердой пробы транспортируется в ИСП потоком инертного газа (аргона). Установлено, что при оптимальных параметрах искрового разряда размер частиц аэрозоля пробы не превышает 2 мкм [2 – 4]. Искровой пробоотбор успешно применяли для

¹ Работа выполнена при финансовой поддержке комплексной программы фундаментальных исследований СО РАН № П.2П/V.45-2.

² Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН, г. Новосибирск, Россия; e-mail: saprykin@niic.nsc.ru