

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-33-37

УДК (UDC) 006.9:53.089.68:543:669.1

## РАЗРАБОТКА НОВЫХ КОМПЛЕКТОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СТАЛЕЙ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

© Мария Викторовна Третьякова, Татьяна Ивановна Игнатенко,  
Елена Альбертовна Лащёнова, Алевтина Григорьевна Трофимова

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

*Статья поступила 12 октября 2017 г.*

Институтом стандартных образцов выпущены комплекты стандартных образцов утвержденного типа (ГСО) для спектрального анализа нержавеющей стали и сплавов на железоникелевой основе ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 (ГСО 1056–2017), ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82 (ГСО 10744–2016), углеродистых и низколегированных сталей ИСО УГ0л-ИСО УГ9л. Показана возможность применения этих комплектов для градуировки атомно-эмиссионных и рентгенофлуоресцентных спектрометров и контроля точности результатов анализа. Выполнен эксперимент по исследованию согласованности данных комплектов с образцами предыдущих выпусков и аналогичными образцами зарубежного производства.

**Ключевые слова:** прослеживаемость; калибровка (градуировка); стандартные образцы; комплекты стандартных образцов утвержденного типа; сталь; атомно-эмиссионный и рентгенофлуоресцентный спектральный анализ.

## ELABORATION OF THE NEW SETS OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS OF STEELS FOR SPECTROMETRY

© Mariya V. Tretiakova, Tatiana I. Ignatenko,  
Elena A. Lashchenova, and Alevtina G. Trofimova

The Institute for Certified Reference Materials (ICRM), Yekaterinburg, Russia; e-mail: spectral@icrm-ekb.ru

*Submitted October 12, 2017.*

A number of new sets of certified reference materials were produced by the Institute for Certified Reference Materials (ICRM) for spectral analysis of stainless steels and iron-nickel alloys (LG70 – LG75 and LG76 – ISO LG82) and non-alloyed and low-alloyed steels (UG0l – ISO UG9l). These sets of certified reference materials may be used for calibration and accuracy control in x-ray fluorescence and atomic-emission spectrometry. An experiment was carried out to study the consistency of the data obtained with the new sets and those previously released by ICRM and foreign manufacturers of certified reference materials.

**Keywords:** traceability, calibration; certified reference materials; sets of certified reference materials; steel, atomic emission spectrometry; X-ray fluorescence spectrometry.

Одним из основных требований, предъявляемых к аккредитованным лабораториям в системе менеджмента качества, регламентируемой ИСО/МЭК 17025 [1], является метрологическая прослеживаемость результатов измерений. Прослеживаемость измерений — это «свойство результата измерения, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерений» [2]. Применительно к методам химического анализа, когда калибровка не может быть выполнена в единицах СИ, она должна обеспечивать достоверность измерений путем передачи размеров

единиц от соответствующих эталонов единиц физических величин. ИСО/МЭК 17025 предусматривает в таких случаях «использование стандартных образцов, предоставленных компетентным поставщиком, чтобы получить надежные значения физических или химических характеристик».

В настоящее время ЗАО «ИСО» является крупнейшим производителем стандартных образцов материалов черной металлургии. Одно из основных направлений деятельности института — выпуск комплектов стандартных образцов для спектрального анализа, позволяющих обеспечивать как градуировку (калибровку) спектральных установок, так и контроль правильно-

сти результатов измерений с помощью ГСО. Отдельной задачей, которую ставят перед собой сотрудники института, является обеспечение получения единой градуировочной зависимости при использовании новых комплектов стандартных образцов наряду с уже выпущенными. Для этого в лаборатории спектрального анализа проводят специальный эксперимент по исследованию взаимной согласованности новых и ранее выпущенных комплектов ГСО.

В 2015 г. Институт стандартных образцов выпустил два комплекта ГСО нержавеющей стали и сплавов на железоникелевой основе ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 и ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82, охватывающих регламентируемый ГОСТ 5632 диапазон определяемых содержаний элементов в сталях. Массовые доли элементов (в процентах), аттестованные в указанных комплектах, приведены в табл. 1, 2.

По своему составу данные образцы близки к выпущенному ранее комплекту ГСО ЛГ56 – ЛГ64 (ГСО 8876–2007). Особенностью новых комплектов является полное соответствие образцов определенным маркам сталей и сплавов, что позволяет использовать эти комплекты как для градуировки спектрометров, так и для контроля правильности измерений при анализе сталей и сплавов конкретных марок: комплект ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 — для анализа сталей марок 12X18H9T, 08X18H10T, 10X17H13M2T, 10X23H18, 36X18H25C2, 08X15H24B4TP, а комплект ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82 — для анализа сталей марок 45X14H14B2M, 09X16H4B, 31X19H9MBBT, 20X25H20C2, 10X11H23T3MP и сплавов на железоникелевой основе 12XН35ВТ, 06XН28МДТ.

При подготовке комплектов к выпуску в ЗАО «ИСО» был проведен специальный эксперимент, позволяющий оценить, во-первых, возможность получения монотонных зависимостей при градуировке спектрометров с использованием образцов ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75 и ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82 и, во-вторых, согласованность этих комплектов с ранее выпущенным комплектом ЛГ56 – ЛГ64.

Исследование проводили с использованием эмиссионного спектрометра SPECTROLAB M11 (SPECTRO, Германия) и рентгеновского спектрометра СРМ-25 (Научприбор, Россия).

На рис. 1 представлены построенные с использованием новых комплектов и ранее выпущенного комплекта ЛГ56 – ЛГ64 градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода и никеля с помощью спектрометра SPECTROLAB M11, а на рис. 2 — для рентгенофлуоресцентного определения никеля и марганца с помощью спектрометра СРМ-25.

Кроме того, исследовали возможность совместного применения образцов комплектов ГСО, выпущенных ЗАО «ИСО», и образцов зарубежного производства, в частности, комплекта NCS HS 21702-1 – NCS HS 21702-6 (Китай). На рис. 3 приведены полученные с применением комплектов ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75, ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82 и NCS HS 21702-1 – NCS HS 21702-6 градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода и никеля с помощью спектрометра SPECTROLAB M11.

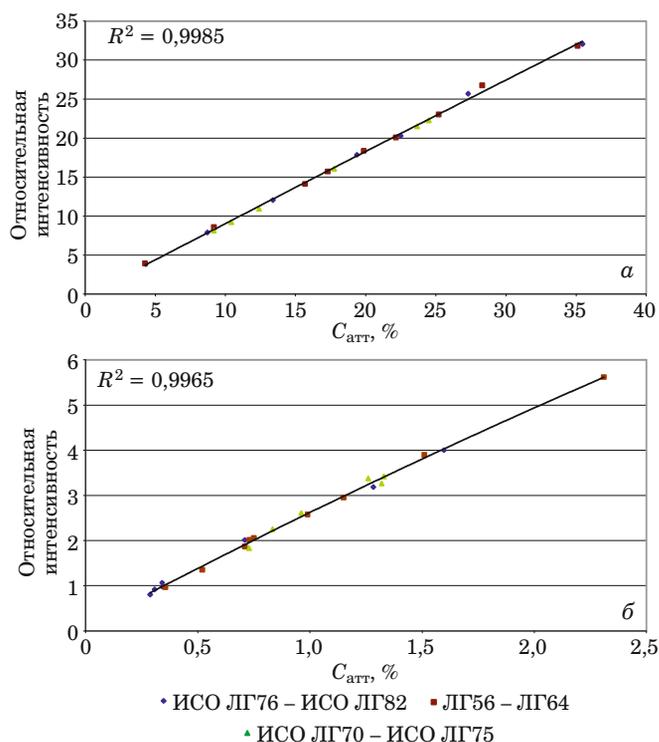
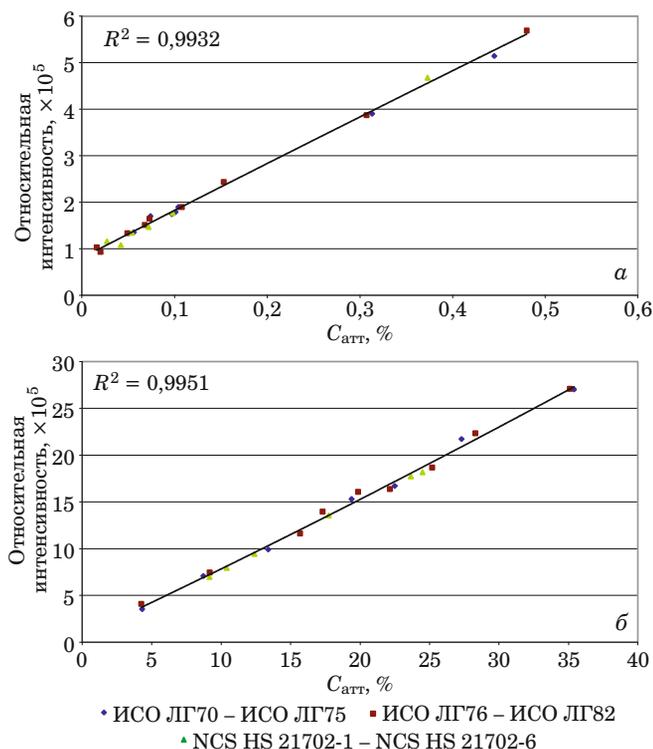
Таким образом, благодаря современному оборудованию и программному обеспечению, которое позволяет учитывать взаимные влияния элементов в образцах, можно успешно анализиро-

**Таблица 1.** Аттестованные значения массовой доли элементов (%) в комплекте ИСО ЛГ70 – ИСО ЛГ75

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

**Таблица 2.** Аттестованные значения массовой доли элементов (%) в комплекте ИСО ЛГ76 – ИСО ЛГ82

Индекс СО	C	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V	Cu	Al	Nb	S	P	N
ИСО ЛГ76	0,445	0,455	0,342	13,77	13,39	2,38	0,263	0,020	0,041	0,098	0,034	—	0,0076	0,021	0,031
ИСО ЛГ77	0,101	0,44	0,34	15,67	4,32	0,006	0,020	—	0,022	0,116	—	0,109	0,0021	0,0149	0,054
ИСО ЛГ78	0,074	0,58	1,60	14,71	35,4	3,16	0,061	1,31	0,020	0,053	0,15	0,004	0,0017	0,017	0,0062
ИСО ЛГ79	0,313	0,703	1,28	19,23	8,72	1,16	1,18	—	0,049	0,065	0,059	0,47	0,0036	0,017	—
ИСО ЛГ80	0,097	2,15	0,709	24,7	19,38	0,029	0,086	0,015	0,032	0,166	0,025	—	0,0029	0,025	0,064
ИСО ЛГ81	0,104	0,231	0,29	11,51	22,5	0,012	1,22	2,93	0,040	0,088	0,409	0,004	0,0014	0,0121	—
ИСО ЛГ82	0,056	0,69	0,308	23,2	27,3	0,116	2,95	0,85	0,050	2,89	0,076	0,037	0,0027	0,023	0,0076



**Рис. 1.** Градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода (а) и никеля (б), полученные с использованием спектрометра SPECTROLAB M11

**Рис. 2.** Градуировочные зависимости для рентгенофлуоресцентного определения никеля (а) и марганца (б), полученные с использованием спектрометра СРМ-25

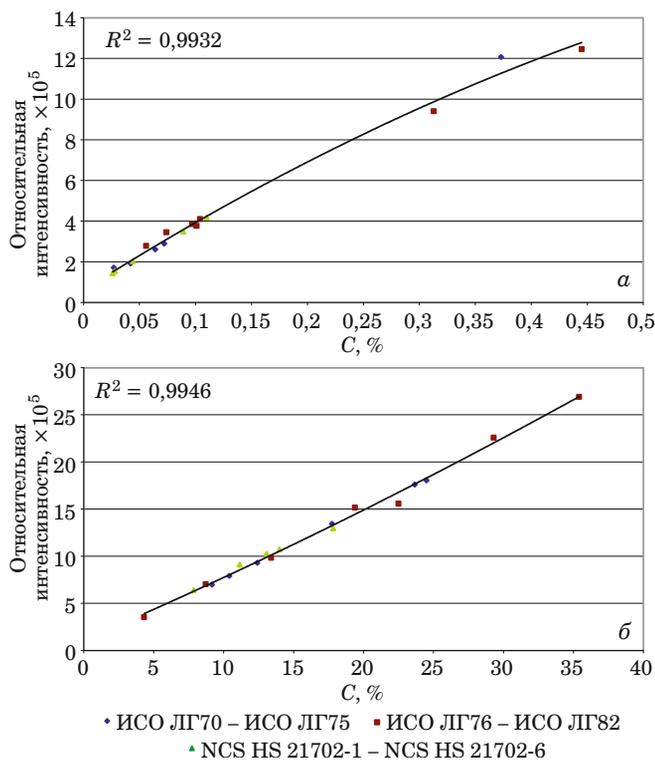
вать и совместно применять достаточно сложные по своему составу и структуре стандартные образцы легированных сталей и сплавов как мето-

дом атомно-эмиссионной спектрометрии, так и методом рентгенофлуоресцентного анализа.

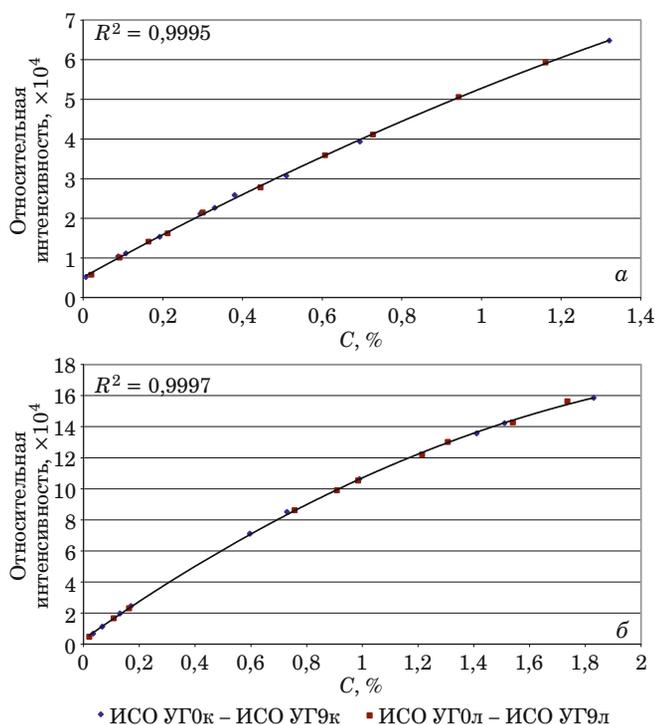
В 2017 г. Институт стандартных образцов планирует выпуск комплекта СО углеродистых и

**Таблица 3.** Аттестованные значения массовой доли элементов (%) в комплекте ИСО УГ0л – ИСО УГ9л

Индекс СО	C	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V
УГ0л	1,161	0,233	0,196	0,163	0,114	0,0032	0,0115	0,004	0,0035
УГ1л	0,607	1,74	0,667	0,108	0,08	—	0,0067	0,0047	—
УГ2л	0,0203	0,075	0,0238	0,0205	0,0045	—	—	—	—
УГ3л	0,30	0,406	0,906	1,538	0,132	0,175	0,220	0,153	0,064
УГ4л	0,212	0,285	0,593	1,211	0,173	0,0092	0,872	0,034	0,776
УГ5л	0,445	0,292	0,638	0,912	1,40	0,049	0,269	—	0,148
УГ6л	0,091	0,965	0,691	0,757	0,640	—	0,0082	—	0,0075
УГ7л	0,164	0,387	0,293	1,307	2,09	0,385	0,298	0,202	0,208
УГ8л	0,728	0,307	1,97	1,736	0,291	0,70	0,624	—	0,181
УГ9л	0,943	0,312	0,895	0,985	0,354	1,31	0,094	0,0104	0,048
Индекс СО	Cu	Al	Nb	Co	S	P	Sn	N	
УГ0л	0,134	0,0086	—	0,0109	0,0078	0,0054	0,0051	0,0055	
УГ1л	0,155	0,0319	—	0,0195	0,0111	0,0098	0,0035	0,0100	
УГ2л	0,0120	0,0340	—	—	0,0031	0,0029	—	0,0067	
УГ3л	0,187	0,89	—	0,072	0,0032	0,056	—	0,0217	
УГ4л	0,074	0,0315	0,071	0,0108	0,0069	0,0244	—	0,0204	
УГ5л	0,146	—	—	0,0195	0,0037	0,0099	0,0047	0,0119	
УГ6л	0,449	0,0107	—	0,0392	0,0224	0,0276	—	0,0083	
УГ7л	0,468	0,276	—	0,291	0,0062	0,0045	—	0,0137	
УГ8л	0,160	0,0103	—	—	0,002	0,0362	0,0058	0,0138	
УГ9л	0,163	0,039	—	—	0,0085	0,0265	0,0064	0,0119	

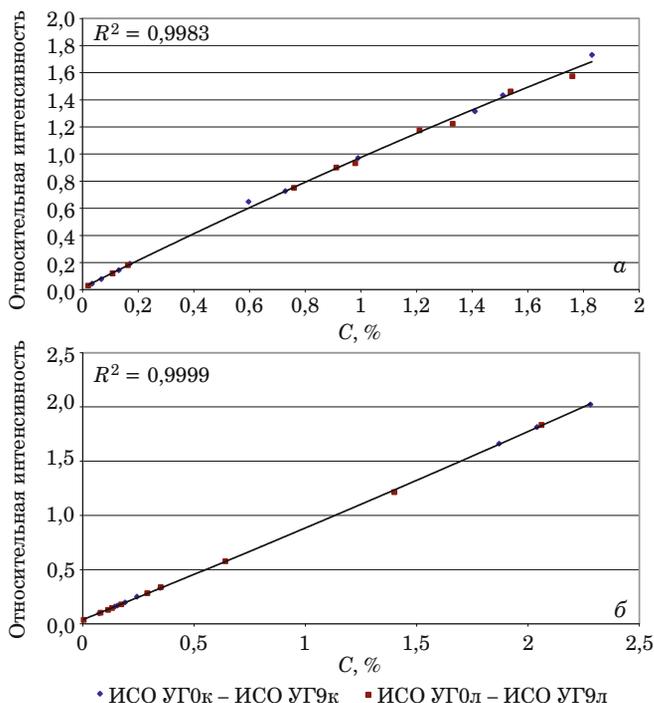


**Рис. 3.** Градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода (а) и никеля (б), полученные с использованием спектрометра SPECTROLAB M11



**Рис. 4.** Градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода (а) и хрома (б), полученные с использованием спектрометра Q8 MAGELLAN

низколегированных сталей ИСО УГ0л – ИСО УГ9л, охватывающего диапазоны определяемых содержаний 17 элементов (табл. 3).

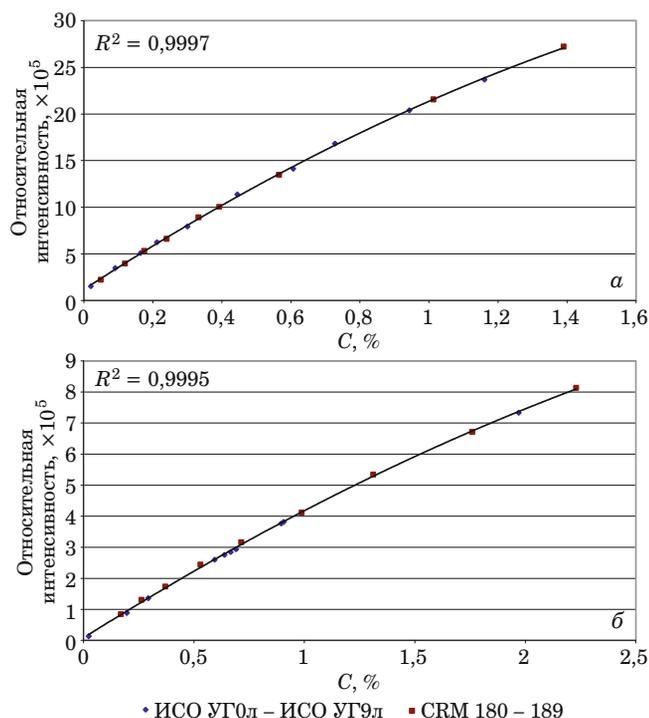


**Рис. 5.** Градуировочные зависимости для рентгенофлуоресцентного определения хрома (а) и никеля (б), полученные с использованием спектрометра СРМ-25

Стандартные образцы данного комплекта предназначены для градуировки атомно-эмиссионных и рентгеновских спектрометров и контроля точности результатов измерений, выполняемых в соответствии с ГОСТ 54153–2010 и ГОСТ 28033–89.

По своему составу данные образцы повторяют комплекты серии УГ0 – УГ9, выпускаемые институтом в течение более 40 лет [3]. Особенностью нового комплекта является полное соответствие образцов определенным маркам сталей, что позволяет использовать комплект как для градуировки спектральных установок, так и для контроля правильности измерений при анализе сталей конкретных марок.

Для оценки возможности получения монотонных зависимостей при градуировке спектральных установок с использованием образцов ИСО УГ0л – ИСО УГ9л, а также соответствия этого комплекта ранее выпущенному ИСО УГ0к – ИСО УГ9к (ГСО 10504–2014) указанные комплекты проанализировали с использованием эмиссионного спектрометра Q8 MAGELLAN (Bruker, Германия) и рентгеновского спектрометра СРМ-25. Для определения всех элементов, аттестованных в данных комплектах, получены единые градуировочные зависимости: на рис. 4 приведены градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода и хрома с использованием спектрометра Q8 MAGELLAN, а на рис. 5 — для рентгенофлуорес-

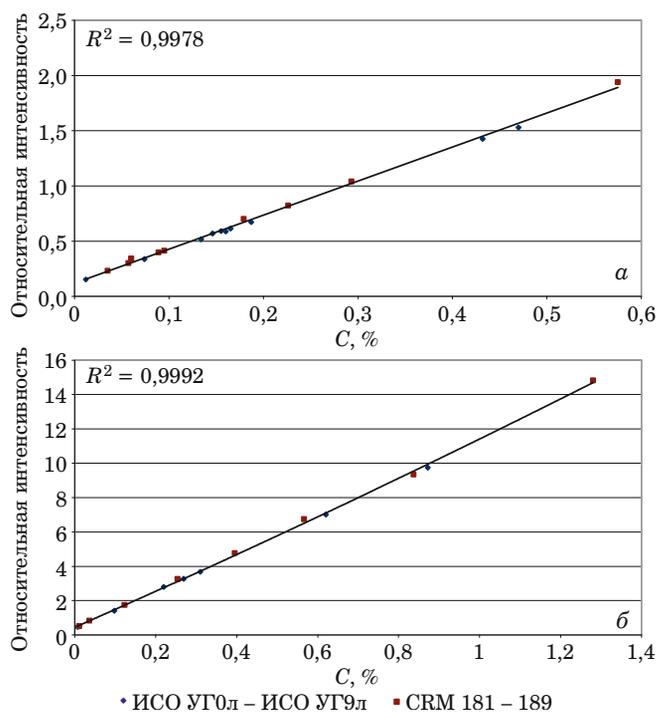


**Рис. 6.** Градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода (а) и марганца (б), полученные с использованием спектрометра SPECTROLAB M11

центного определения хрома и никеля с использованием спектрометра СРМ-25.

По своему составу и области применения комплекты ГСО серии УГ0 – УГ9 аналогичны выпускаемому CRD Technical Laboratories (Чехия) комплекту стандартных образцов состава стали низколегированной CRM set 180 – 189 A, B, C, D, E, образцы которого используют при градуировке эмиссионных спектрометров зарубежного производства. Для оценки взаимной согласованности комплектов ИСО УГ 0л – ИСО УГ9л и CRM set 180 – 189 был выполнен специальный эксперимент с применением эмиссионного спектрометра SPECTROLAB M11 и рентгеновского спектрометра СРМ-25. В результате исследования показана возможность получения единых градуировочных зависимостей с использованием указанных комплектов для всех аттестованных элементов: на рис. 6 приведены градуировочные зависимости для атомно-эмиссионного определения углерода и марганца с применением спектрометра SPECTROLAB M11, а на рис. 7 — для рентгенофлуоресцентного определения меди и молибдена с применением спектрометра СРМ-25.

Из вышеизложенного следует, что новые комплекты СО углеродистых и высоколегированных нержавеющей сталей, выпущенные Институтом стандартных образцов, можно применять как для самостоятельной градуировки средств из-



**Рис. 7.** Градуировочные зависимости для рентгенофлуоресцентного определения меди (а) и молибдена (б), полученные с использованием спектрометра СРМ-25

мерений, так и для дополнения уже построенных с использованием отечественных и зарубежных образцов градуировочных зависимостей. Кроме того, поскольку стандартные образцы указанных комплектов соответствуют определенным маркам сталей и сплавов, их можно использовать для контроля правильности измерений при спектральном анализе сталей широкого круга марок на предприятиях черной металлургии и машиностроения.

## ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. — М.: Стандартинформ, 2012. — 28 с.
2. Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM 3). — СПб.: НПО «Профессионал», 2010. — 80 с.
3. Третьякова М. В., Трофимова А. Г., Самарина Г. А. Совершенствование номенклатуры стандартных образцов для спектрального анализа углеродистых сталей / Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 24 – 27.

## REFERENCES

1. Interstate Standard GOST ISO/MEK 17025–2009. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. — Moscow: Standartinform, 2012. — 28 p. [in Russian].
2. International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM). — JCG (Joint Committee for Guides in Metrology), 2008.
3. Tretiakova M. V., Trofimova A. G., Samarina G. A. Improvement of the assortment of reference materials for spectral analysis of carbon steel / Standart. Obrabztsy. 2012. N 4. P. 24 – 27 [in Russian].