

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-46-48

УДК (UDC) 543:669.1:389.6

ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ АТТЕСТОВАННЫХ ЗНАЧЕНИЙ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРЕДПРИЯТИЙ И ОТРАСЛЕЙ МАТЕРИАЛОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

© Элла Ниссоновна Котляревская, Елена Николаевна Валиахметова

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

Статья поступила 9 сентября 2017 г.

Вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений при анализе материалов металлургического производства широко применяют стандартные образцы отраслей (ОСО) и предприятий (СОП), которые представляют собой наиболее многочисленную группу стандартных образцов. В статье рассмотрены схемы аттестации ОСО и СОП, обеспечивающие прослеживаемость их аттестованных значений.

Ключевые слова: прослеживаемость; стандартные образцы утвержденных типов; стандартные образцы предприятий и отраслей.

TRACEABILITY OF THE CERTIFIED VALUES OF THE REFERENCE MATERIALS OF THE BRANCHES AND IN HOUSE REFERENCE MATERIALS OF THE MATERIALS OF METALLURGICAL PRODUCTION

© Ella N. Kotlyarevskaya and Elena N. Valiakhmetova

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

Submitted September 9, 2017.

Reference materials of the branches (RMB) and in house reference materials (IRM) of the materials of metallurgical production are widely used out of the scope of the state control of ensuring the uniformity of measurements. The latter represent the most numerous group of reference materials. We discuss the schemes of certification of RM which ensure the traceability of their certified values.

Keywords: traceability, reference materials of approved types, in house reference materials (IRM), reference materials of the branches (RMB).

Отраслевые стандартные образцы (ОСО) и стандартные образцы предприятия (СОП) представляют собой наиболее многочисленные категории стандартных образцов (СО), применяемых в нашей стране вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений. Эти СО успешно используют в аналитических лабораториях для градуировки и калибровки средств измерений, валидации и аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений, внутрилабораторного контроля результатов измерений и др.

Преимуществом таких образцов является оперативность их создания непосредственно на предприятии, располагающем необходимыми ресурсами. При этом появляется возможность учесть особенности и задачи конкретной лаборатории. Немаловажным фактором выступает экономическая целесообразность.

Особую роль ОСО и СОП играют в метрологическом обеспечении спектральных методов

анализа, где важна близость применяемых стандартных образцов к анализируемым пробам (коммутативность¹), что не всегда могут обеспечить стандартные образцы утвержденных типов (ГСО).

В реестрах ОСО и СОП, которые ведет ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО»), зарегистрировано около двухсот ОСО и более шестнадцати тысяч СОП материалов металлургического производства.

Распределение СОП по видам материалов приведено на рис. 1.

Основную долю в реестре составляют СОП для спектрального анализа; остальные — для хи-

¹ Коммутативность — свойство стандартного образца, характеризующееся близостью соотношения между результатами измерений определенной величины для этого образца, полученными по двум данным методикам измерений, к такому же соотношению результатов, полученных для других определенных образцов [1].

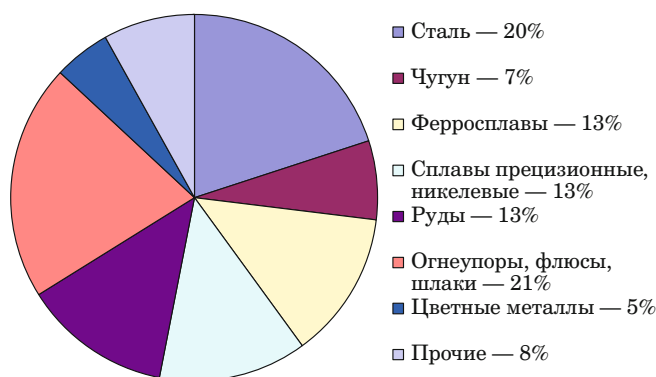


Рис. 1. Распределение СОП по видам материалов



Рис. 2. Аттестат аккредитации ЗАО «ИСО» в области обеспечения единства измерений

мических методов анализа, контроля физических и механических методов.

ОСО и СОП проходят метрологическую экспертизу в ЗАО «ИСО», по результатам которой их вносят в реестр. ЗАО «ИСО» аккредитовано в области обеспечения единства измерений (рис. 2). Область аккредитации включает метрологическую экспертизу технологической документации по разработке и изготовлению стандартных образцов материалов металлургического производства.

Порядок разработки и метрологической экспертизы стандартных образцов предприятий и отраслей регламентирован Рекомендацией М 25–2015 [2], разработанной ЗАО «ИСО» с учетом требований ГОСТ Р 8.871–2014 [3].

Одним из важных свойств СО является прослеживаемость его аттестованных значений, которая заключается в возможности его соотнесения с принятыми реперами, использованными при установлении аттестованных значений СО [4]. Этими реперами могут быть СО с установленной прослеживаемостью, поверенные средства измерений, стандартизованные или аттестованные методики измерений, корректность выбора которых оценивается при метрологической экспертизе документации на ОСО и СОП.

Рекомендация [2] предусматривает следующие схемы аттестации ОСО и СОП, обеспечивающие прослеживаемость путем использования:

СО с установленной прослеживаемостью (метод сравнения с мерой);

стандартизованных или аттестованных методик измерений, обеспечивающих прослеживаемость до стехиометрических соединений, чистых металлов и т. п. с применением поверенных (калиброванных) средств измерений, в том числе с использованием межлабораторных сличительных испытаний (МСИ).

Метод сравнения с мерой (далее — метод сравнения) представляет собой сравнение опре-

деляемой величины с величиной, воспроизводимой мерой [5].

При аттестации СО применяют дифференциальный метод, являющийся разновидностью метода сравнения и основанный на сравнении определяемой величины в аттестуемом СО с однородной величиной в соответствующем ГСО или ОСО и нахождении разности между ними [5]. При этом должны соблюдаться следующие условия:

СО относятся к одному виду материала;

содержания аттестуемого компонента в том и другом образце не отличаются более чем в два раза;

материал аттестуемого образца достаточно однороден;

наличие прочих компонентов, поведение материала в процессе измерений (например, растворимость) не препятствуют использованию одной и той же методики измерений.

Ниже приведен алгоритм установления аттестуемых характеристик СОП (или ОСО) дифференциальным методом [2].

Установление значений аттестуемых характеристик СОП выполняют два оператора. Параллельно с анализом каждой навески СОП воспроизводят значение соответствующей аттестованной характеристики в навеске ГСО. Каждый оператор проводит две серии определений аттестуемой характеристики в СОП и ГСО по пять пар в каждой, по результатам которых вычисляют:

1) разность результатов определений для каждой i -й пары проб в k -й серии:

$$E_{ki} = C_{hi} - C_{ГСО, ki}$$

где C_{hi} — результат i -го ($i = \overline{1, 5}$) определения аттестуемой характеристики СОП в k -й серии ($k = \overline{1, 4}$); $C_{ГСО, ki}$ — результат i -го воспроизведе-

ния значения соответствующей аттестованной характеристики ГСО в k -й серии;

2) среднее значение разности результатов пар определений

$$\bar{E} = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^4 \sum_{i=1}^5 E_{ki},$$

где N — число результатов определений.

Значение аттестованной характеристики СОП рассчитывают как $A_{\text{СОП}} = A_{\text{ГСО}} + \bar{E}$.

Погрешность установления аттестованной характеристики (для доверительной вероятности 0,95) составляет: $\Delta_{A_{\text{СОП}}} = K S_{\Sigma}$, где

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

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

$\Delta_{\text{ГСО}}$ — характеристика погрешности, указанная в паспорте ГСО;

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

Рассмотренная схема является предпочтительной, поскольку обеспечивает минимизацию систематической погрешности результатов определения за счет использования разности воспроизведенных значений аттестованной характеристики в ГСО и СОП.

В случаях, когда отсутствует СО утвержденного типа (ГСО) либо ОСО с требуемыми характеристиками для передачи измерительной информации к разрабатываемому СО, предусмотрена вторая схема аттестации ОСО и СОП, основанная на применении стандартизованных или аттестованных методик измерений, обеспечивающих прослеживаемость до стехиометрических соединений, чистых металлов и т. п. при использовании поверенных (калиброванных) средств измерений.

На этой же схеме основана межлабораторная аттестация путем межлабораторных сличитель-

ных испытаний (МСИ), в том числе, в разных лабораториях одного предприятия при использовании методик измерений с помощью различных методов.

Применение методических схем установления метрологических характеристик ОСО и СОП, изложенных в Рекомендации [2], позволяет аттестовать ОСО и СОП материалов металлургического производства с установленной метрологической прослеживаемостью.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 32934–2014 (ISO Guide 30:1992). Стандартные образцы. Термины и определения, используемые в области стандартных образцов. — М.: Стандартинформ, 2015. — 11 с.
2. Рекомендация М 25–2015. Разработка стандартных образцов предприятий и отраслей материалов металлургического производства. — Екатеринбург: ЗАО «Институт стандартных образцов», 2015.
3. ГОСТ Р 8.871–2014. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы предприятий и отраслей. Общие требования. — М.: Стандартинформ, 2015. — 12 с.
4. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Прослеживаемость в химических измерениях. Руководство по достижению сопоставимых результатов химического анализа / Пер. с англ. под ред. Л. А. Конопелько. — СПб.: ВНИИМ, 2005. — 53 с.
5. РМГ 29–2013 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения. — М.: Стандартинформ, 2014. — 55 с.

REFERENCES

1. RF State Standard GOST 32934–2014 (ISO Guide 30:1992). Reference materials. Terms and definitions used in connection with reference materials. — Moscow: Standartinform, 2015. — 11 p. [in Russian].
2. Recommendation M 25–2015. Development of standard samples of enterprises and industries of materials of metallurgical production. — Yekaterinburg: JSC "Institute of Certified Reference Materials", 2015 [in Russian].
3. RF State Standard GOST R 8.871–2014 State system for ensuring the uniformity of measurements. In house reference materials, reference materials of the branches. The general requirements. — Moscow: Standartinform, 2015. — 12 p. [in Russian].
4. EURACHEM/CITAC Guide. Traceability in Chemical Measurement. A guide to achieving comparable results in chemical measurement. URL: http://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/EC_Trace_2 (accessed 04.12.2017).
5. RMG 29–2013 GSI. State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrology. Basic terms and definitions. — Moscow: Standartinform, 2014. — 55 p. [in Russian].