

ИНСТИТУТ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ – РАЗРАБОТЧИК И ИЗГОТОВИТЕЛЬ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СЫРЬЯ И МАТЕРИАЛОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

Степановских В.В.

В статье изложена история создания отечественных стандартных образцов (СО), этапы становления и развития Института стандартных образцов – основного изготовителя СО материалов металлургического производства в России. Рассмотрен опыт Института стандартных образцов по разработке стандартных образцов и метрологическому обеспечению количественного химического анализа на базе их применения.

Ключевые слова: стандартный образец, метрологическое обеспечение, химический состав, материалы черной металлургии.

✓ **Ссылка при цитировании:** Степановских В.В. Институт стандартных образцов – разработчик и изготовитель стандартных образцов сырья и материалов металлургического производства // Стандартные образцы. 2015. № 3. С. 3–9.

■ **Автор:**

СТЕПАНОВСКИХ В.В.

Директор ЗАО «ИСО», канд. техн. наук
Российская Федерация, 620057,
г. Екатеринбург, ул. Ульяновская, 13а

Тел.: 8 (343) 228-18-88,
факс: 8 (343) 228-18-98
E-mail: v.stepanovskikh@icrm-ekb.ru

Принятые сокращения:

ВАМ – Федеральный институт исследования и испытания материалов Германии
ВНИИСО – Всесоюзный институт стандартных образцов и спектральных эталонов
ГСО – стандартный образец утвержденного типа (до 2009 года – Государственный стандартный образец)
ГССО – Государственная служба стандартных образцов
ИЛАК – Международная организация по аккредитации лабораторий (ILAC – International Laboratory Accreditation Cooperation)
ИСО – ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург
ИСО ЦНИИчермета – Институт стандартных образцов Центрального научно-исследовательского института черной металлургии им. И.П. Бардина

КХА – количественный химический анализ
ЛСО – лаборатории стандартных образцов
МИ – методика измерений
МЛЭ – межлабораторный эксперимент
МК – метрологический контроль
НСИ – нестандартизованные средства измерений
ОССО – отраслевая система стандартных образцов
СИ – международная система единиц
СОВТ – стандартные образцы «высшей точности»
СОП – стандартные образцы предприятия
СССР – Союз Советских Социалистических Республик

Всесоюзный институт стандартных образцов и спектральных эталонов (ВНИИСО) был основан в 1963 году. В 1974 году ВНИИСО преобразован в Институт стандартных образцов Центрального научно-исследовательского института черной металлургии им. И.П. Бардина (ИСО ЦНИИчермета), а с 1992 года – ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО»).

В 2013 году институт отметил 80-летие разработки первых отечественных стандартных образцов (СО) и полувековой юбилей Института стандартных образцов, который в настоящее время является основным разработчиком и изготовителем СО сырья и материалов металлургического производства [1].

Потребность в СО возникла в начале XX века и была связана с определением показателей качества сырья и материалов. Первые СО были разработаны в промышленно развитых странах для материалов черной металлургии.

Стэли Д. Расберри (Stanley D. Raspberry) [2] подробно описывает историю и этапы изготовления первых СО. Образцы представляли собой чугунную стружку, упакованную в стеклянные банки с этикетками «Standardizing Iron Sample A»... «Standardizing Iron Sample D» и поставлялись с данными аттестационного анализа. Техническую значимость этих образцов быстро оценили аналитики. Позже появляются СО других металлургических материалов (некоторые сплавы, железные руды и др.). К 1911 году каталог включал уже 25 наименований СО для химического анализа.

Федеральный институт исследования и испытания материалов Германии (BAM) имеет также столетний опыт создания СО металлургических материалов [3]. В 1912 году был выпущен образец для определения углерода в стали (Normal Steel), а через год было разработано уже 8 СО сталей с различным содержанием углерода.

В отечественной практике массовое производство СО материалов черной металлургии было начато в 1933 году в отделе химии и заводских лабораторий (позже – Лаборатория стандартных образцов – ЛСО) Уральского научно-исследовательского института черных металлов. В 1934 году была завершена разработка 12 СО (!) (динамной стали, углеродистой стали, древесно-угольного чугуна, бурого железняка, руды керченской и др.) с аттестацией 28 элементов.

В межлабораторном эксперименте (МЛЭ) по установлению состава СО участвовали Центральный институт металлов (г. Ленинград), ВНИИМ им. Д.И. Менделеева (г. Ленинград), Алапаевский и Верх-Исетский металлургические заводы.



Рис. 1. Свидетельство на стандартный образец № 6 древесно-угольного чугуна (1934 г.)

В 1939 году общее количество выпущенных ЛСО отечественных СО составляло 93 наименования (руды, ферросплавы, углеродистые и легированные стали, чугун) с аттестованными значениями 683 характеристик (или в среднем по 7 элементов в СО).

Признанием народнохозяйственной значимости разработки и применения СО явилось постановление Экономсовета СНК СССР от 3 апреля 1939 года № 290 [4], которым отдел химии был преобразован в Лабораторию стандартных образцов при Уральском институте черных металлов с самостоятельным балансом. Этим же постановлением директивно указывалось на обязательность применения при контроле качества продукции стандартных образцов, выпущенных ЛСО.

В период Великой Отечественной войны (1941–1945) и первые послевоенные годы (1946–1949) среднегодовое количество разрабатываемых ЛСО образцов составляло 20–22 наименования¹ (включая выпуск повторных партий), из которых лишь 8–10 % приходилось на образцы для спектрального анализа.

«За последние пять лет стандартные образцы настолько прочно и широко вошли в обиход, что работать без них в настоящее время не представляется возможным», – пишут в 1944 году М.И. Акланд и В.И. Поносов [5] – авторы одной из первых книг, посвященных СО. Авторами были кратко и ясно сформулированы требования, предъявляемые к СО, правила применения СО, приведены данные по аттестованным

¹ В рассматриваемый период здесь и далее под количеством наименований СО имели в виду количество разработанных партий СО (включая повторные выпуски), поскольку понятие «тип СО» было сформулировано значительно позже.

характеристикам СО, рассмотрены задачи, решаемые с применением СО:

- 1) разработка новых или видоизменение старых методов химического анализа;
- 2) текущий контроль за правильностью выполнения анализа;
- 3) выполнение экспресс-анализов, основанных на определении неизвестной величины путем сравнения с эталоном.

Эти задачи являются актуальными и в настоящее время. В результате 30-летней деятельности ЛСО были заложены научно-методические основы выпуска СО, разработано 244 типа СО различных металлургических материалов (118 типов СО для химического анализа и 126 типов СО для спектрального анализа), и, что очень важно, подготовлены кадры для решения научно-технических задач массового выпуска СО.



Рис. 2. Ю.Л. Плинер, первый директор Института стандартных образцов

В соответствии с распоряжением Совета Министров СССР от 20.08.1962 № 2366р приказом Комитета по черной и цветной металлургии от 02.02.1963 № 29 на базе ЛСО был организован Всесоюзный научно-исследовательский институт стандартных образцов и спектральных эталонов (ВНИИСО), который начал работу в марте 1963 года. Первым директором ВНИИСО был назначен Юрий Львович Плинер.

За первые 10 лет институтом выпущено 1014 партий СО (с повторными выпусками), в том числе 413 впервые разработанных образцов (включая СО для материалов цветной металлургии). Особенно быстрыми темпами возрастал выпуск образцов для спектрального анализа черных металлов, номенклатура которых увеличилась в 2,3 раза.

Общее количество СО в номенклатуре составляло 469 типов, из которых 225 типов (48 %) – разработанных за 10 лет институтом, и 244 типа (52 %) – созданные в период деятельности ЛСО.

Расширение номенклатуры СО сопровождалось непрерывным улучшением их качества. Начиная с 1970 года все образцы, разрабатываемые институтом, регистрируют в Государственном реестре мер и измерительных приборов СССР.

Весь предыдущий опыт отечественной и мировой практики создания СО показал, что их разработка

немыслима в рамках только одной организации, без коллективных усилий квалифицированных специалистов институтов и лабораторий ведущих промышленных предприятий. В 1963 году в аттестационном анализе разрабатываемых институтом СО участвовали 43 лаборатории отрасли, в 1967 году – 111 лабораторий, а в 1972 году – уже 156!

Первое десятилетие явилось периодом не только существенного расширения номенклатуры образцов, но и совершенствования научно-методических основ выпуска СО [6]. Были проведены работы по оптимизации и совершенствованию:

- методов химического анализа, используемых для аттестации СО [7, 8];
- технологии разработки и изготовления СО для спектрального анализа;
- методов приготовления материала СО и оценки его однородности;
- методов статистической обработки результатов аттестационного анализа.

В 1974 году ВНИИСО был преобразован в *Институт стандартных образцов Центрального научно-исследовательского института черной металлургии им. И.П. Бардина (ИСО ЦНИИчермета)*. С этого времени институт разрабатывает СО сырья и материалов только для черной металлургии.

Наряду с разработкой и выпуском СО, в институте проводились работы, связанные с метрологическим обеспечением количественного химического анализа (КХА) материалов черной металлургии¹. В результате институтом была создана и внедрена в практику аналитических лабораторий предприятий отрасли система метрологического контроля (МК) на базе применения СО, основанная [7]:

- на применении взаимоувязанных норм точности и контрольных нормативов для сопоставления фактической точности измерений с допускаемой;
- на использовании СО, включенных в отраслевую систему СО, обеспечивающих получение необходимой для МК измерительной информации о фактической точности измерений.

На основе разработанных методических схем оценки и контроля показателей качества результатов КХА с применением СО были решены следующие метрологические задачи:

¹ Исследования, направленные на совершенствование метрологического обеспечения, интенсивно проводились в эти годы в СССР не только в черной металлургии, но и в геологии, цветной металлургии, институтах Госстандарта, а также за рубежом.

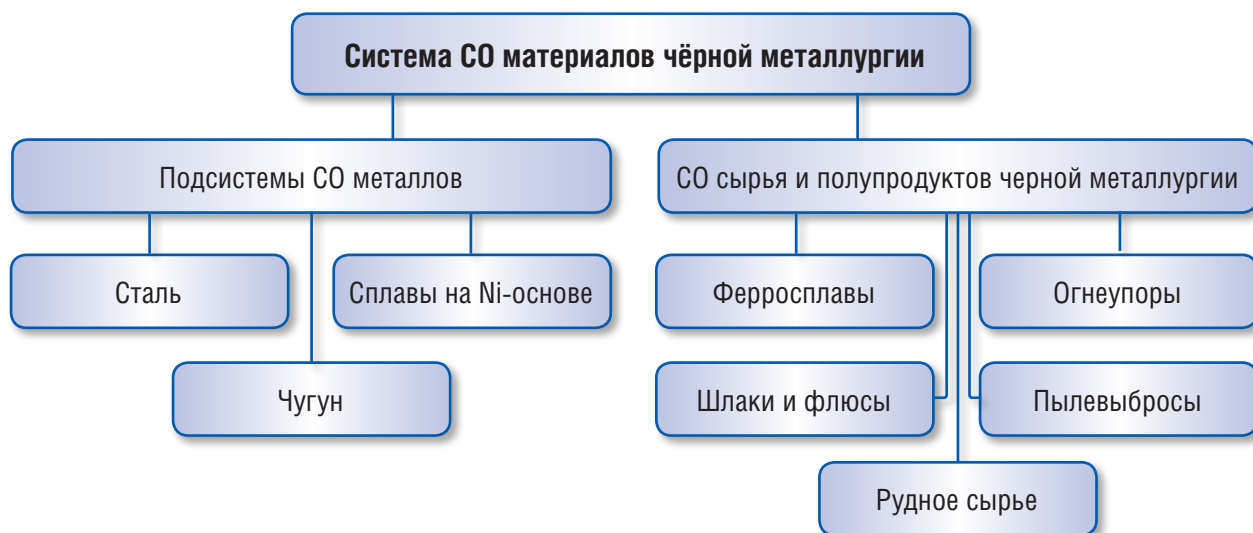


Рис. 3. Современная структура отраслевой системы СО материалов черной металлургии

– аттестация методик количественного химического анализа (первая заводская методика аттестована в 1978 году);

– аттестация нестандартизованных средств измерений (НСИ) (проводилась с 1982 года и прекращена после отмены в РФ ГОСТ 8.326);

– аттестация СОП (первые СОП аттестованы в 1982 году);

– организация и проведение внутрилабораторного статистического контроля точности результатов КХА;

– внешний контроль качества работы аналитических лабораторий отрасли по результатам их участия в межлабораторной аттестации СО (введен в 1981 году и в то время не имел аналогов в мировой практике);

– аттестация аналитических лабораторий (первая аттестация лабораторий в отрасли выполнена институтом в 1982 году);

– впервые в отечественной металлургии изучена и зафиксирована фактическая точность методов химического анализа материалов черной металлургии (1982 год).

Принципы системного подхода к формированию номенклатуры СО начали разрабатываться в институте в 70-х годах и в законченном виде впервые изложены в работе [6]. Создание современной структуры *отраслевой системы СО (ОССО)* было завершено к 1980 году.

В 1992 году институт преобразован в ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО»)¹.

¹ Юридическое наименование института на английском языке с 1992 г. – «The Institute for certified reference materials» (ICRM) и под этим наименованием он известен за рубежом.

За более чем полувековой период своей деятельности институт разработал и реализовал методические положения комплексного подхода к метрологическому обеспечению КХА материалов черной металлургии на базе применения СО. Применение данного подхода развивается в рамках следующих научно-методических направлений:

- нормирование точности КХА;
- совершенствование отраслевой системы СО;
- метрологическое обеспечение КХА на базе применения СО.

Нормирование точности КХА. Нормы точности КХА материалов черной металлургии (черных металлов, ферросплавов, сплавов на никелевой основе, чугунов, шлаков, флюсов, огнеупоров, железорудного сырья), соответствующие уровню мировых показателей точности были установлены институтом в 1980-х годах на основе обработки результатов МЛЭ, полученных в отечественных аналитических лабораториях предприятий при аттестации СО и данных зарубежных МЛЭ. Эффективность практического применения норм точности подтверждена более чем 25-летним опытом и свидетельством этому стала разработка и введение в действие с 2012 года ГОСТ Р 54569–2011 [8] «Чугун, сталь, ферросплавы, хром и марганец металлические. Нормы точности количественного химического анализа».

Отраслевая система СО (ОССО) ориентирована на непосредственное применение в аналитических лабораториях предприятий централизованно выпускаемых СО для химического анализа – СО утвержденного типа.



Рис. 4. Структура подсистемы СО стали

В настоящее время в реестр потребителей выпускаемых институтом СО включено свыше тысячи предприятий, около половины из них приобретают СО ежегодно. Остальные предприятия приобретают СО периодически (1 раз в 1,5–2 года) по мере использования запасов своих лабораторий или в случаях возникновения новых объектов контроля.

Структура ОССО (рис. 3) включает подсистемы СО основных групп материалов черной металлургии (чугун, сталь, сплавы на никелевой основе) и наборы СО сырья, ферросплавов, вспомогательных материалов и т. д.

Структура подсистемы СО, на примере СО стали (рис. 4), включает СО разных уровней (и метрологического назначения). Верхним звеном являются так называемые СО высшей точности (СОВТ), которые на современном этапе выполняют роль первичных СО. Основное назначение СОВТ – хранение, воспроизведение и передача измерительной информации при аттестации СО утвержденного типа (ГСО).

СОВТ являются результатом огромной работы, включающей приготовление однородного материала СО, проведение МЛЭ с участием 15–30 лабораторий, сопоставление аттестованных характеристик СО с зарубежными аналогами, доработку и аттестацию «мокрых» аналитических методик, применяемых при установлении состава ГСО.

В отсутствие эталона количества вещества и достаточно надежных (и доступных) первичных методов для определения компонентов с необходимой точностью в таких сложных матрицах, как сырье и материалы металлургического производства, единственным спосо-

бом установления аттестуемых характеристик СО является МЛЭ с привлечением наиболее квалифицированных аналитических лабораторий, постоянно контролирующих данные материалы. Поэтому для установления метрологических характеристик СОВТ был применен широкомасштабный МЛЭ с участием ведущих аналитических лабораторий отрасли с применением различных методов количественного химического анализа. На современном этапе СОВТ составляют «золотой фонд» института.

Наличие СОВТ позволяет проводить аттестацию целого ряда элементов в ГСО стали, чугунов и сплавов на никелевой основе методом сравнения, обеспечивающим необходимую прослеживаемость до СОВТ. Установление значений осуществляется в лаборатории КХА Испытательного аналитического центра института.

МЛЭ при этом не теряет своей актуальности и используется для установления элементов в материалах сложного химического состава. Ежегодно в МЛЭ принимают участие до 80 лабораторий.

Современная номенклатура производимых институтом образцов включает СО утвержденного типа материалов металлургического производства:

- дисперсные СО для химического анализа стали, чугуна, сплавов на никелевой основе, ферросплавов, рудного сырья, шлаков, флюсов, огнеупоров и пылевых выбросов металлургических агрегатов, приготовленных в виде стружки или порошка;

- монолитные СО в виде комплектов для спектрального анализа стали, чугуна, сплавов на никелевой основе.

В разделе «Сведения об утвержденных типах стандартных образцов» Федерального информационного

фонда по обеспечению единства измерений, включающем сведения об утвержденных типах стандартных образцов, представленном на сайте Росстандарта и включающем около 3 тыс. типов ГСО, более 400 типов составляют ГСО, выпущенные ЗАО «ИСО».

Разработанные институтом и применяемые при выпуске СО технологические схемы приготовления материала СО, исследования однородности, установления значений метрологических характеристик проверены временем и обеспечивают высокое качество изготавливаемых СО. Полувековой опыт применения в аналитических лабораториях металлургических, горнорудных и машиностроительных предприятий стандартных образцов, разработанных ЗАО «Институт стандартных образцов» подтверждает это.

Испытательный аналитический центр института владеет практически всеми классическими методами количественного химического анализа (в том числе обеспечивающими прослеживаемость до единиц СИ либо до исходных веществ и химических соединений стехиометрического состава). Испытательным центром аттестовано свыше 300 методик измерений (МИ), многие из которых внесены в федеральный реестр МИ.

Испытательный аналитический центр аккредитован в Национальной системе аккредитации и соответствует требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 – Аттестат аккредитации от 18.02.2013 № РОСС RU.0001.510008. В 2010 году испытательный центр стал лауреатом премии

лучшей аналитической лаборатории года «Серебряный моль», что явилось логическим подтверждением высокой квалификации аналитиков института.

Метрологическая служба института аккредитована на право аттестации методик измерений и проведения экспертизы документов (аттестат аккредитации метрологической службы от 25.12.2012 № 01.00034–2012).

Институт признан компетентным провайдером проверок квалификации лабораторий в соответствии с требованиями международного стандарта ИСО/МЭК 17043:2010 [9] посредством межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) таких объектов, как сырье и материалы металлургического производства, а также твердые объекты производственного экологического контроля (свидетельство о признании провайдера № K01.014 от 08.08.2011).

Институт прошел в 2012 году аккредитацию в соответствии с требованиями Международного руководства ИСО 34:2009 [10] с участием зарубежных экспертов ИЛАК. Аккредитацией подтверждены техническая компетентность в заявленной области аккредитации и функционирование системы менеджмента качества производителя стандартных образцов.

В мае 2015 года ЗАО «ИСО» прошел аккредитацию в области обеспечения единства измерений на право испытаний стандартных образцов в целях утверждения типа – Аттестат аккредитации от 7 июня 2015 года № RA.RU.311182.

ЛИТЕРАТУРА

1. Степановских В.В. К 80-летию российских стандартных образцов и 50-летию Института стандартных образцов // Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 5–16.
2. Rasberry S. D. Standard Reference Materials – The First Century // NIST [сайт]. URL: <http://www.nist.gov/srm/upload/SP260-150.pdf> (дата обращения: 03.06.2015).
3. Certified Reference Materials. Catalogue '12 // BAM [сайт]. URL: <http://www.mbh.ru/Catalogues%202011/BAM.pdf> (дата обращения: 03.06.2015).
4. О стандартных образцах по химическому анализу продукции предприятий металлургической промышленности: пост. Экономсовета при Совнарком СССР от 3 апреля 1939 г. № 290.
5. Акланд М.И., Поносов В.И. Стандартные образцы и их применение. Свердловск, М.: Металлургиздат, 1944. 34 с.
6. Плинер Ю.Л., Степин В.В., Устинова В.И. Стандартные образцы металлургических материалов. М.: Металлургия, 1976. 296 с.
7. Плинер Ю.Л., Свечникова Е.А., Огурцов В.М. Управление качеством химического анализа в металлургии. М.: Металлургия, 1979. 208 с.
8. ГОСТ Р 54569–2011 Чугун, сталь, ферросплавы, хром и марганец металлические. Нормы точности количественного химического анализа. М.: Стандартинформ, 2012. 16 с.
9. ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 Оценка соответствия. общие требования к проверке квалификации лабораторий. М.: Стандартинформ, 2014. 39 с.
10. ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers // ISO [сайт]. URL: http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=50174 (дата обращения: 03.06.2015).

REFERENCE MATERIALS INSTITUTE DEVELOPER AND PRODUCER OF REFERENCE MATERIALS OF RAW AND METALLURGICAL PRODUCTION MATERIALS

V.V. Stepanovskikh

Reference materials institute
ulitsa Ul'ianovskaia, 13a, Ekaterinburg, 620057, Russian Federation
E-mail: v.stepanovskikh@icrm-ekb.ru

The article describes the history of creation of Russian reference materials (RMs), the stages of start-up and development of the Institute for Certified Reference Materials as a main producer of RMs of metallurgical production in Russia. The article considers the experience of the Institute for Certified Reference Materials for RMs development and metrological assurance of quantity chemical analysis based on their use.

Key words: reference materials, metrological assurance, chemical composition, materials of ferrous metallurgy.

✓ **When quoting reference:** Stepanovskikh V.V. Institut standartnykh obraztsov – razrabotchik i izgotovitel' standartnykh obraztsov syr'ya i materialov metallurgicheskogo proizvodstva [The Institute for Certified Reference Materials – developer and producer of reference materials of raw and metallurgical production materials]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2015, No. 2, pp. 3–9. (In Russian).

REFERENCES:

1. Stepanovskikh V.V. K 80-letiiu Rossijskikh standartnykh obraztsov i 50-letiiu Instituta standartnykh obraztsov [To the 80th anniversary of Russian certified reference materials for ferrous metallurgy and 50th anniversary of The Institute for Certified Reference Materials]. *Standartnye obraztsy – Reference materials*, 2012, No. 4, pp. 5–16. (In Russian).
2. Stanley D. Rasberry Standard Reference Materials – The First Century (2002). Available at: www.nist.gov/srm/upload/SP260-150.pdf [accessed 3 June 2015].
3. Certified Reference Materials. Catalogue '12 (2012). Available at: <http://www.mbh.ru/Catalogues%202011/BAM.pdf> [accessed 3 June 2015].
4. O standartnykh obraztsakh po khimicheskomu analizu produktsii predpriatio metallurgicheskoo promyshlennosti: postanovlenie Ekonomsoвета pri Sovnarkome SSSR ot 3 apreliia 1939 goda № 290 [On reference materials for chemical analysis of products of the metal industry enterprises: decree of the EconomSoviet of the USSR Council of People's Commissars No. 290 of 03/04/1939]. (In Russian).
5. Akland M.I., Ponosov V.I. *Standartnye obraztsy i ikh primeneniye* [Reference materials and their use]. Sverdlovsk, Metallurgizdat Publ., 1944, 34 p. (In Russian).
6. Pliner Iu.L., Stepin V.V., Ustinova V.I. *Standartnye obraztsy metallurgicheskikh materialov* [Reference metal materials]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1976, 296 p. (In Russian).
7. Pliner Iu.L., Svechnikova E.A., Ogurtsov V.M. *Upravlenie kachestvom khimicheskogo analiza v metallurgii* [Quality management of chemical analysis in metallurgy]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1979, 208 p. (In Russian).
8. GOST R 54569–2011 *Chugun, stal', ferrosplavy, khrom i marganets metallicheskie. Normy tochnosti kolichestvennogo khimicheskogo analiza* [Cast iron, steel, ferroalloys, metallic chromium and manganese. Standards of accuracy of quantitative chemical analysis]. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 16 p. (In Russian).
9. ISO/IEC 17043:2013 Conformity assessment – General requirements for proficiency testing.
10. ISO Guide 34:2009 General requirements for the competence of reference material producers. (2009). Available at: www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:guide:34:ed-3:v1:ru [accessed 3 June 2015].