

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ОАО «ЕЗ ОЦМ»: ПРОШЛОЕ, НАСТОЯЩЕЕ, БУДУЩЕЕ

Анчутина Е.А., Горбатова Л.Д., Лисиенко М.Д.

История ОАО «ЕЗ ОЦМ» насчитывает почти 100 лет. Первый образец, аттестованный в качестве стандартного образца предприятия, выпущен в 1965 году. С тех пор разработано более 1200 стандартных образцов (комплектами СО и отдельными СО) состава аффинированных драгоценных металлов и сплавов на основе ДМ и цветных металлов. В числе последних разработок – стандартные образцы состава золота аффинированного, востребованные в России и других странах СНГ. В настоящее время ОАО «ЕЗ ОЦМ» имеет все возможности (технические и профессиональные) для выполнения работ по изготовлению и аттестации стандартных образцов на основе драгоценных металлов.

Ключевые слова: стандартные образцы, драгоценные металлы, золото аффинированное, отраслевая служба стандартных образцов, ОАО «ЕЗ ОЦМ».

✓ **Ссылка при цитировании:** Анчутина Е.А., Горбатова Л.Д., Лисиенко М.Д. Стандартные образцы ОАО «ЕЗ ОЦМ»: прошлое, настоящее, будущее // Стандартные образцы. 2015. № 3. С. 10–15.

Авторы:

АНЧУТИНА Е.А.

Руководитель группы стандартных образцов лаборатории спектрального анализа Центральной аналитической лаборатории ОАО «ЕЗ ОЦМ», канд. хим. наук
Российская Федерация, 624097, г. Верхняя Пышма,
пр-т Успенский, 131
E-mail: e.anchutina@ezocm.ru

ГОРБАТОВА Л.Д.

Начальник Центральной аналитической лаборатории ОАО «ЕЗ ОЦМ»
Российская Федерация, 624097, г. Верхняя Пышма,
пр-т Успенский, 131

ЛИСИЕНКО М.Д.

Начальник лаборатории спектрального анализа Центральной аналитической лаборатории ОАО «ЕЗ ОЦМ»
Российская Федерация, 624097, г. Верхняя Пышма,
пр-т Успенский, 131

Принятые сокращения:

ГСО – стандартный образец утвержденного типа (до 2009 года – государственный стандартный образец)

ГССО – Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов

ДМ – драгоценные металлы

НП «ОАЗ» – некоммерческое партнерство «Объединение аффинажных заводов»

ОАО «ЕЗ ОЦМ» – ОАО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов»

ОССО ДМ – отраслевая служба стандартных образцов драгоценных металлов

СОП – стандартные образцы предприятия

ЦАЛ – Центральная аналитическая лаборатория

Как известно, стандартные образцы (СО) играют ключевую роль в обеспечении единства и сопоставимости измерений. Они гарантируют точность результатов измерений и включены в процесс контроля качества продукции. В работе аналитической лаборатории их используют для поверки и градуировки оборудования, разработки и аттестации методик анализа, контроля качества результатов анализа, установления прослеживаемости измерений, при подтверждении технической компетентности лаборатории.

Помимо этого, в деятельности промышленных организаций стандартные образцы являются одной из составляющих доказательной базы при решении спорных вопросов соответствия продукции заявленным характеристикам, при согласовании результатов анализа для объективности расчетов с заказчиками и снижения издержек.

Историческая справка

ОАО «ЕЗ ОЦМ» ведет свою историю с 1916 года, когда по решению правительства России в Екатеринбурге начал работу аффинажный завод. В результате был прекращен вывоз за рубеж уральского платино-содержащего сырья, которое в то время составляло 95 % его мировой добычи. Первым директором, Н.Н. Барабошкиным, на заводе была создана исследовательская лаборатория для разработки промышленной технологии извлечения благородных металлов из уральского сырья. Одновременно с разработкой технологии создавали методики анализа химического состава металлов платиновой группы, а в дальнейшем золота и серебра. Для метрологического обеспечения этих методик были необходимы образцы для градуировки и контроля качества.

Первый образец, аттестованный в качестве стандартного образца предприятия (СОП 0001), – СО состава меди (1965 год) для метрологического обеспечения контроля технологии изготовления серебряно-медных

сплавов. Следующими образцами были СО состава платиновых отходов и различных платиновых сплавов (платино-иридиевого, платино-родиевого, платино-палладиево-родиево-рутениеевого и других сплавов).

С тех пор аттестовано более 1200 СО (комплектами СО и отдельными СО) состава аффинированных драгоценных металлов (ДМ), сплавов на основе ДМ и цветных металлов и других материалов (рис. 1). Имеются СО, аттестованные по содержанию примесей и основных элементов. С 1997 года, помимо стандартных образцов предприятия, ОАО «ЕЗ ОЦМ» утверждает свои образцы в ранге государственных и межгосударственных СО.

Изготовление СО

На заводе реализован полный цикл изготовления плавленных стандартных образцов ДМ: плавка металла в печах с контролируемой атмосферой, механическая обработка для выпуска образцов разных форм (прокат различной толщины, стружка, диски, темплеты), организация и проведение испытаний образцов в целях их аттестации, установление метрологических характеристик СО, утверждение СО в качестве стандартных образцов предприятия метрологической службой ОАО «ЕЗ ОЦМ», аккредитованной в области обеспечения единства измерений.

В качестве исходных материалов для изготовления СО используют чистые драгоценные и цветные металлы и лигатуры (сплавы драгоценного металла – основы материала СО и металла-примеси).

Выбор способа аттестации СО зависит от того, аттестуют ли основные или примесные элементы, и от измерительных возможностей доступных методов анализа (достижения требуемых уровней погрешности (неопределенности) и правильности аттестованных значений). Для СО, изготавливаемых в комплекте, проводят эксперимент по согласованности СО в комплекте, а при наличии СО аналогичного состава – сличения комплектов СО.

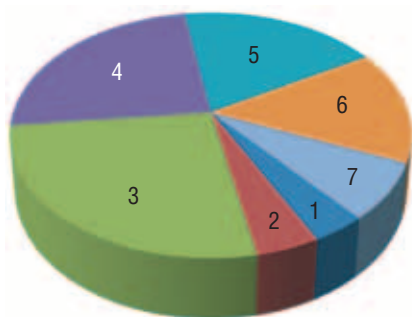


Рис. 1. Составы стандартных образцов, разработанных в ОАО «ЕЗ ОЦМ»:

- 1 – СО состава аффинированных драгоценных металлов, аттестованных по содержанию примесей;
- 2 – СО состава сплавов драгоценных металлов, аттестованных по содержанию примесей;
- 3 – СО состава сплавов драгоценных металлов, аттестованных по содержанию основных элементов;
- 4 – СО состава сплавов драгоценных и цветных металлов, аттестованных по основным элементам;
- 5 – СО состава сплавов драгоценных и цветных металлов, аттестованных по содержанию примесей;
- 6 – СО материалов, содержащих драгоценные металлы (сплавы цветных металлов, шлихи, прочие отходы);
- 7 – прочие СО (медь, сплавы без содержания драгоценных металлов)

В ОАО «ЕЗ ОЦМ» разработан и внедрен стандарт организации СТО СМК-39–2014 «Порядок разработки и применения стандартных образцов и аттестованных смесей» и Инструкция 40С–2014 «Технологический процесс изготовления стандартных образцов драгоценных металлов и сплавов на их основе». Основные работы по испытанию изготавливаемых стандартных образцов (получение результатов для оценивания однородности, установления метрологических характеристик СО, сличений с другими комплектами СО и т. д.) ведут в Центральной аналитической лаборатории (ЦАЛ) ОАО «ЕЗ ОЦМ», объектами анализа которой являются драгоценные металлы и их сплавы. В ЦАЛ разработаны и внедрены методики потенциометрического титрования, гравиметрического, атомно-эмиссионного, рентгенофлуоресцентного, масс-спектрометрического с индуктивно-связанной плазмой, атомно-абсорбционного, пробирного методов анализа аффинированных драгоценных металлов, сплавов на их основе и других объектов, содержащих драгоценные металлы. ЦАЛ ОАО «ЕЗ ОЦМ» аккредитована в государственной системе аккредитации испытательных лабораторий РФ на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009. Лаборатория регулярно участвует в «проактивных мониторингах», проводимых Лондонской ассоциацией рынка драгоценных металлов (LBMA, г. Лондон) и Лондонским рынком платины и палладия (LPPM, г. Лондон), для подтверждения заводом статуса «Good Delivery» («Надежные поставки»). Имеет успешный опыт участия в программах межлабораторных сличений, организованных LBMA. В 2015 году она стала лауреатом почетной среди испытательных лабораторий премии «Серебряный моль», учрежденной Ассоциацией аналитических центров «Аналитика».

Примеры разработок СО ОАО «ЕЗ ОЦМ» с применением разных способов аттестации СО

1. Расчетно-экспериментальный способ по процедуре приготовления

Для СО состава сплавов этот способ используют при аттестации СО по содержанию основных элементов. Одним из условий возможности аттестации СО по процедуре приготовления является получение прецизионного сплава. Критерием достижения прецизионности является то, что масса исходных материалов, закладываемых в плавку, должна совпадать с массой конечного сплава (максимальные потери – 0,01 %_{отн.} от массы исходных материалов).

В 2014 году по заказу ФКУ «Пробирная палата России» (г. Москва) были изготовлены таким способом 12 СО состава серебряно-медных сплавов, предназначенных для контроля правильности результатов анализа при определении массовой доли серебра. Опробование возможности применения изготовленных СО в соответствии с назначением проводили по аттестованной методике измерений массовой доли серебра в серебросодержащих сплавах методом потенциометрического титрования. Было показано, что полученные результаты согласуются с аттестованными значениями в пределах погрешности методики измерений.

2. Аттестация СО с использованием эталона

В 2015 году ОАО «ЕЗ ОЦМ» разработал стандартный образец состава платино-палладиево-родиевого сплава ПлПдРд-5-5 (СОП 0273–2015, комплект ПлПдРд16 из 7 СО), аттестованный по массовой доле 16 примесей. СО выпущены в виде полос толщиной около 0,3 мм и дисков диаметром 20 мм и толщиной 2,5 мм. Метрологические характеристики 15 примесей в СО (кроме кремния) установлены по результатам измерений, полученным с использованием оборудования и средств измерений, входящих в состав государственного вторичного эталона ГВЭТ 196-1–2012 «Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах» ФГУП «УНИИМ» (г. Екатеринбург). Для аттестации СО состава сплавов на основе драгоценных металлов это, по сути, реализация способа с применением одной методики измерений в одной лаборатории.

3. Аттестация СО с использованием аттестованной методики измерений

Примером применения такого способа аттестации может служить установление метрологических характеристик СО «комплект ПлПдРд16» по содержанию кремния. Массовую долю кремния и ее погрешность вычислили по результатам, полученным с помощью методики измерений МКХА № 026-С–2009 «Определение массовой доли примесей в пробах платины атомно-эмиссионным спектральным фотоэлектрическим методом», разработанной и утвержденной в ОАО «ЕЗ ОЦМ». Вычисления проводили согласно алгоритму, изложенному в 8.3.3 РМГ 93–2009.

4. Межлабораторный эксперимент

Установление метрологических характеристик СО по результатам межлабораторного эксперимента является

наиболее предпочтительным способом аттестации для доказательства правильности аттестованных значений при аттестации образцов по массовой доли примесей.

Например, в 2015 году ОАО «ЕЗ ОЦМ» выпустило новые стандартные образцы состава аффинированного золота (Зл4а (комплект из 5 СО), Зл4аК1, Зл4аК2, Зл4а-0, Зл4а-6, Зл4а-9). Это третий выпуск ОАО «ЕЗ ОЦМ» стандартных образцов состава аффинированного золота. Впервые ОАО «ЕЗ ОЦМ» аттестовал ГСО состава золота в 1998 году (комплект Зл-28, ГСО 7427–98). В 2005 году был разработан второй комплект СО золота Зл-25 (ГСО 8723–2005), признанный впоследствии в качестве межгосударственного стандартного образца (МСО 1537:2009). Эти ГСО были распространены не только среди лабораторий аффинажных заводов России, но и Казахстана, Узбекистана и Украины. ОАО «ЕЗ ОЦМ» в настоящий момент уже не предлагает данные ГСО для приобретения сторонними заказчиками.

Новые стандартные образцы золота предназначены прежде всего для аттестации методик измерений, градуировки средств измерений и контроля точности методик измерений состава золота аффинированного. Метрологическими характеристиками являются массовые доли примесных элементов и их погрешности и неопределенности.

Образцы были изготовлены методом плавления, примеси вводили в виде двойных лигатур на основе золота. Материал представляет собой прокат толщиной около 0,4 мм. В качестве способа установления аттестованных характеристик использовали межлабораторный эксперимент.

В аттестации участвовали 11 лабораторий из России и Казахстана, имеющих опыт в анализе аффинированного золота:

- ФКУ «Государственное учреждение по формированию Государственного фонда драгоценных металлов и драгоценных камней Российской Федерации, хранению, отпуску и использованию драгоценных металлов и драгоценных камней (Гохран России) при Министерстве финансов Российской Федерации»;
- ОАО «ЕЗ ОЦМ» (г. Верхняя Пышма);
- ОАО «Иргиредмет» (г. Иркутск);
- ОАО «Красцветмет» (г. Красноярск);
- ЗАО «Кыштымский медеэлектролитный завод»;
- ФГУП «Московский завод по обработке специальных сплавов»;
- ОАО «Новосибирский аффинажный завод»;
- ОАО «Приокский завод цветных металлов» (г. Касимов);
- ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (г. Екатеринбург);

- ОАО «Уралэлектромедь» (г. Верхняя Пышма);
- Центр кассовых операций и хранения ценностей (филиала) Национального Банка Республики Казахстан (г. Алматы).

Результаты измерений аттестуемых характеристик получены разными методами – атомно-эмиссионным методом анализа с дуговым, искровым источниками возбуждения спектра и с индуктивно-связанной плазмой, масс-спектрометрическим методом анализа с индуктивно-связанной плазмой. Проведено сличение СО Зл4а (комплект) с ГСО 8723–2005 (Комплект Зл-25) и показана их взаимозаменяемость.

В ближайшее время будут проведены работы по признанию стандартных образцов Зл4а (комплект из 5 СО), Зл4аК1, Зл4аК2 в качестве межгосударственных СО. Можно быть уверенными, что эти СО будут востребованы в лабораториях аффинажных заводов стран СНГ.

Коллекция СО ОАО «ЕЗ ОЦМ», доступная для приобретения

Стандартные образцы выпускают в первую очередь для внутренних нужд ЦАЛ ОАО «ЕЗ ОЦМ». Но работы выполняют также по заказам других организаций. Некоторые образцы предлагают для приобретения сторонним лабораториям. Коллекция СО, доступная для реализации в настоящий момент, приведена в табл. 1.

Решение задач отрасли

ОАО «ЕЗ ОЦМ» является одним из инициаторов создания отраслевой службы стандартных образцов драгоценных металлов, сплавов на их основе и материалов, содержащих драгоценные металлы (ОССО ДМ). ОССО ДМ создана для планирования, организации и координации работ по изготовлению стандартных образцов ДМ в целях метрологического обеспечения измерений состава драгоценных металлов, сплавов на их основе и материалов, содержащих драгоценные металлы, в организациях, осуществляющих деятельность в области добычи и переработки драгоценных металлов и/или использующих в своей деятельности готовые изделия или полуфабрикаты, содержащие ДМ.

ОССО ДМ создана как структурное подразделение некоммерческого партнерства «Объединение аффинажных заводов» (далее НП «ОАЗ»). На сегодняшний день в состав ОССО ДМ входят следующие организации: ОАО «ЕЗ ОЦМ», ОАО «Красцветмет», ОАО «Новосибирский аффинажный завод», ОАО «Приокский завод

Таблица 1

Наличие стандартных образцов ОАО «ЕЗ ОЦМ», доступных для реализации в настоящий момент

Категория (подкатегория) СО	Номер СО по реестру (индекс СО)	Наименование СО
1. СО состава аффинированных драгоценных металлов (аттестованы по примесям)	ГСО 10588–2015 (Зл4а – комплект из 5 СО); ГСО 10589–2015 (Зл4аК1); ГСО 10590–2015 (Зл4аК2); СОП 0278–2015 (Зл4а-0); СОП 0279–2015 (Зл4а-6); СОП 0280–2015 (Зл4а-9); ГСО–2015 (СН2 – комплект из 12 СО)*; ГСО 9058–2008 (Пл1 – комплект из 8 СО); ГСО 9059–2008 (ПлК1); ГСО 9060–2008 (ПлК2)	СО золота аффинированного СО серебра аффинированного СО платины аффинированной
2. СО состава сплавов драгоценных металлов		
2.1. Аттестованы по основным элементам	ГСО 9510–2009 (СД1 – комплект из 3 СО); СОП 0237–2012 (СД2 – комплект из 3 СО); СОП 0238–2013 рПлРд (комплект из 7 СО); СОП 0239–2013 рПлПдРд (комплект из 8 СО)	СО золото-серебряных сплавов СО платино-родиевого сплава СО платино-палладиево-родиевого сплава
2.2. Аттестованы по примесям	СОП 0197–97 (ПлРд-10 комплект из 5 СО); СОП 0273–2015 (ПлПдРд16 – комплект из 7 СО)	СО платино-родиевого сплава СО платино-палладиево-родиевого сплава
3. СО состава сплавов драгоценных и цветных металлов		
3.1. Аттестованы по основным элементам	ГСО 8859–2007 (U – комплект из 8 СО); ГСО 10085–2012 (юЗлН – комплект из 5 СО); ГСО 9680–2010 (юЗПП – комплект из 5 СО); ГСО 10084–2012 (юЗлСр – комплект из 13 СО); ГСО 10283–2013 (юЗл750 – комплект из 11 СО); ГСО 10282–2013 (юЗл375 – комплект из 6 СО); ГСО 8439–2003 (ЮСС – комплект из 3 СО); ГСО 9681–2010 (ЮСПП – комплект из 4 СО); ГСО 8712–2005 (ЗлС-1); СОП 0230–2008 (ЗлСрМЦКр 585-80); СОП 0256–2014 (ПдВ5); СОП 0274–2014 (ПдВ20); СОП 0276–2015 (ПдВ3); СОП 0277–2015 (ПдВ7); СОП 0269–2014 (СрМ801); СОП 0268–2014 (СрМ873); СОП 0267–2014 (СрМ874); СОП 0266–2014 (СрМ876); СОП 0265–2014 (СрМ878); СОП 0264–2014 (СрМ917); СОП 0263–2014 (СрМ920); СОП 0262–2014 (СрМ922); СОП 0261–2014 (СрМ923); СОП 0260–2014 (СрМ924); СОП 0259–2014 (СрМ927); СОП 0258–2014 (СрМ958)	СО ювелирных сплавов СО сплавов на основе золота СО палладиево-вольфрамовых сплавов СО серебряно-медных сплавов
3.2. Аттестованы по примесям	ГСО 8872–2007 (ЗлСрМ 585-80П – комплект из 9 СО); ГСО 8712–2005 (Зл84); ГСО 8906–2007 (Ср875 – комплект из 8 СО); ГСО 8660–2005 (Ср960 – комплект из 8 СО); ГСО 8659–2005 (Ср925 – комплект из 8 СО);	СО сплава на основе золота СО сплава стоматологического на основе золота СО серебряно-медных сплавов
4. СО материалов, содержащих драгоценные металлы	СОП 0235–2001	СО платины шлиховой

Примечание. *СО проходит испытания в целях утверждения типа.

цветных металлов», ЗАО «Уралинтех», ОАО «Иргиредмет», ОАО «Суперметалл» и ФКУ «Пробирная палата России».

Деятельность ОССО ДМ направлена:

1) на планирование на длительный период времени выпуска стандартных образцов драгоценных металлов и сплавов на их основе необходимой для аналитических лабораторий предприятий отрасли номенклатуры;

2) уменьшение количества выводимых из оборота изготовителя СО драгоценных металлов и сплавов на их основе вследствие рационального планирования производства стандартных образцов и возможного соинвестирования заинтересованными потребителями СО материала для их изготовления;

3) сокращение продолжительности и стоимости этапа характеристики стандартных образцов драгоценных металлов и сплавов на их основе за счет реализации совместных проектов;

4) упрощение этапа утверждения стандартного образца в качестве отраслевого СО;

5) сокращение срока реализации ОСО ДМ и сплавов на их основе;

6) организацию выпуска СО ДМ, близких по составу к ранее существовавшим комплектам СО, обеспечивающих передачу аттестуемых свойств от комплекта к комплекту;

7) повышение информированности членов ОССО ДМ об имеющихся в отрасли стандартных образ-

цах и возможности изготовления СО необходимого состава.

Заключение

Почти столетняя история Екатеринбургского аффинажного завода включает в себя и 50-летнюю историю разработок стандартных образцов состава аффинированных драгоценных металлов и сплавов на основе ДМ и цветных металлов. В числе последних разработок – стандартные образцы состава золота аффинированного, востребованные в России и других странах СНГ.

ОАО «ЕЗ ОЦМ» поддерживает и развивает направление, связанное с изготовлением стандартных образцов драгоценных металлов. В планах – приобретение новой лабораторной вакуумно-индукционной печи для плавки материала СО и аккредитация на подтверждение компетентности изготовителя СО.

ОАО «ЕЗ ОЦМ» активно участвует в деятельности отраслевой службы стандартных образцов драгоценных металлов (ДМ), направленной прежде всего на координацию работ по выпуску и применению СО ДМ.

На сегодняшний день ОАО «ЕЗ ОЦМ» имеет все возможности (технические и профессиональные) для выполнения работ по изготовлению и аттестации стандартных образцов драгоценных металлов и сплавов на их основе.

REFERENCE MATERIALS OF JSC “ENFMPP” - THE PAST, THE PRESENT, THE FUTURE

E.A. Anchutina, L.D. Gorbatoва, M.D. Lisienko

JSC “Ekaterinburg Non-Ferrous Metals Processing Plant” (JSC “ENFMPP”)

Uspenskij prospekt, 131, Verkhniaia Pyshma, Russian Federation

E-mail: e.anchutina@ezocm.ru

The history of “ENFMPP” has almost 100 years. The first sample, certified as a reference material, was issued in 1965. Since, over 1200 reference materials (as RM sets or single RM) of fine precious metals (PM) and PM and non-ferrous metal alloys were produced. The latest issue is certified reference materials of fine gold needed for laboratories in Russia and other countries. At present time the JSC “ENFMPP” has all the capacities (technical and professional ones) to produce and certify reference materials of precious metals.

Key words: reference material, precious metals, fine gold, Branch reference material survey, JSC “ENFMPP”.

✓ **When quoting reference:** Anchutina E.A., Gorbatoва L.D., Lisienko M.D. Standartnye obraztsy ОАО «ЕЗ ОЦМ»: прошлое, настоящее, будущее [Reference materials of JSC “ENFMPP” – the past, the present, the future]. Standartnye obraztsy – Reference materials, 2015, No. 3, pp. 10–15. (In Russian).