

УДК 669.15-198:545:389

СТАНДАРТЫ И МЕТРОЛОГИЯ**МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ ИСПЫТАНИЯ МАТЕРИАЛОВ
ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ**

В.В. Степановских, Е.И. Шулятьева

ЗАО "Институт стандартных образцов"

620219, Екатеринбург, ГСП-784, пр. Ленина, 101, корп. 2

Степановских Валерий Васильевич - заместитель директора ЗАО "Институт стандартных образцов", кандидат технических наук.

Область научных интересов: метрологическое обеспечение количественного химического анализа материалов металлургического производства, нормирование точности, аккредитация аналитических лабораторий.

Шулятьева Евгения Иосифовна - заведующий группой межлабораторного эксперимента стандартных образцов ЗАО "Институт стандартных образцов"

Рассмотрены результаты внешнего контроля качества работы аналитических лабораторий предприятий черной металлургии на основе применения данных межлабораторных испытаний стандартных образцов состава материалов черной металлургии.

Межлабораторные испытания (МЛИ) являются одним из основных методов аттестации стандартных образцов (СО). Особенно большое значение МЛИ приобретают в аналитических измерениях, где аттестованное значение массовой доли элемента в стандартном образце, полученное в результате МЛИ, обеспечивает сегодня единство измерений.

Однако на полученный массив данных МЛИ можно взглянуть и с другой стороны: при достаточно представительном составе участников результаты отдельно взятой лаборатории являются объективной характеристикой качества ее работы. В этом случае результаты МЛИ используют в качестве исходных данных внешнего контроля качества работы аналитических лабораторий.

Внешний контроль качества работы аналитических лабораторий за рубежом проводят под эгидой правительственных организаций или про-

фессиональных обществ, разрабатывающих стандарты и обычно называют *межлабораторными программами контроля качества*. В рамках каждой программы организаторы рассылают хорошо изученные материалы или СО, состав которых измеряет большое число участвующих в программе лабораторий. Лаборатории не располагают информацией о содержании контролируемых в образцах компонентов. Подчеркивают, что результаты анализа должны быть получены по рабочим методикам, чтобы контроль проводился для обычных условий измерений состава.

После получения результатов и их детального анализа организатор сообщает каждому участнику данные статистической обработки, в том числе:

- оценку погрешности использованных методик и характеристики альтернативных методик, применяемых в тех же целях другими лабораториями;

- достоверность получаемых данных;
- заключение о сопоставлении результатов измерений, полученных в лаборатории, со средними показателями, установленными в рамках проведенной программы.

В отечественной черной металлургии внешний контроль в течение длительного времени проводит Институт стандартных образцов, являющийся головной организацией метрологической службы по измерениям химического состава металлов и сплавов. Внешний контроль основан на анализе данных межлабораторных экспериментов, проводимых не эпизодически, а постоянно с участием большого числа промышленных и исследовательских аналитических лабораторий.

Основные положения порядка внешнего контроля были разработаны в начале 80-х годов в процессе освоения дифференциальной аттестации СО, когда была введена практика рассылки наиболее квалифицированным промышленным ла-

бораториям материала стандартных образцов, аттестуемых не только на основе межлабораторного эксперимента, но и путем передачи информации от СО высшей точности [1]. Проведение испытаний оказалось эффективным способом контроля качества заводских методик, поэтому логическим развитием испытаний явилось их перерастание в систему внешнего контроля качества работы аналитических лабораторий, охватывающего не только квалифицированные, но и практически все остальные лаборатории металлургических предприятий.

Ежегодно в рамках МЛИ методами химического анализа исследуется состав 50 – 60 материалов черной металлургии. В общем количестве материалов до 40% занимают углеродистые и низколегированные стали, ~25% – легированные стали и сплавы на никелевой основе, 12 – 14% – ферросплавы, 8–12% – чугуны, 5–8% – ферросплавы, 8–12% – чугуны, 5–8% железорудное сырье, остальное – прочие материалы (рис. 1).

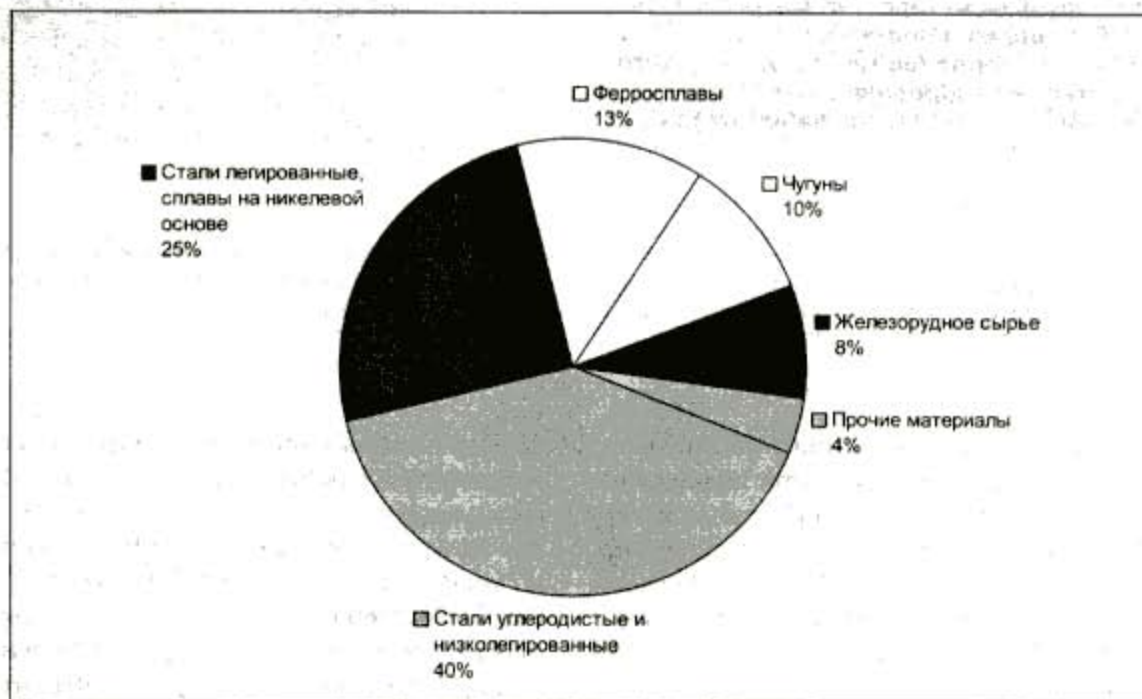


Рис. 1. Структура объектов межлабораторных испытаний

В каждом эксперименте участвуют от 12 до 20 организаций, специализирующихся в области измерений химического состава аналогичных материалов в производстве (в соответствии со структурой аналитического контроля каждой лаборатории).

Порядок проведения внешнего контроля регламентирован согласованными с Госстандартом методическими указаниями МУ МО 14-1-9-90 [2].

Количество определяемых характеристик (N), в исследовании которых на протяжении года должна принять участие лаборатория, а также типы анализируемых материалов устанавливают в зависимости от структуры и годового объема производственного контроля (NS). Для металлургических и горнорудных предприятий объем МЛИ составляет:

Годовой объем производственного контроля (NS), тысяч средних результатов	<10	10-35	35-150	150-500	>500
Количество определяемых компонентов (N), шт.	7	15	30	50	60

Объем МЛИ, выполняемых лабораториями других предприятий (ферросплавных, огнеупорных и т.д.), устанавливается с учетом сложности объектов анализа и их распространенности.

На диаграмме (рис. 2) показано число лабораторий, принявших участие в МЛИ за последние пять лет (в том числе число лабораторий предприятий Украины).

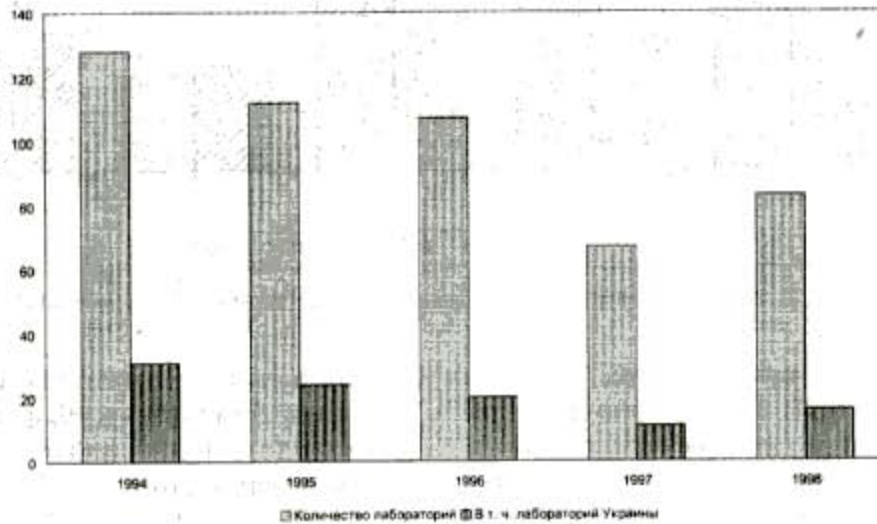


Рис. 2. Количество лабораторий, принявших участие в МЛИ в 1994-1998 гг.

Получаемая в ходе МЛИ информация наряду с аттестацией необходимого числа типов СО позволяет:

- судить о качестве измерений компонентов в тех или иных материалах в целом по отрасли;
- контролировать изменение характеристик погрешности измерений во времени;
- оценивать внедрение новых методик на предприятиях;
- проводить их межлабораторную аттестацию;
- выявлять направления работ, где необходимо совершенствование аналитического контроля.

Информация, получаемая в ходе МЛИ, при ее группировании по отдельным предприятиям оказывается достаточной для объективной оценки качества измерений в каждой лаборатории, систематически участвующей в испытаниях.

Надежности заключений способствует отсутствие до окончания эксперимента сведений о значениях аттестуемых характеристик как у исполнителей анализа, так и у разработчика СО.

Результаты внешнего контроля признают удов-

летворительными при выполнении следующих условий:

- химический состав проанализированных материалов по сложности не уступает номенклатуре объектов, постоянно контролируемых лабораторией;
- число элементов (компонентов) не менее установленного договором, составленным в соответствии с требованиями МУ МО 14-1-9-90;
- число результатов с погрешностью, превышающей норматив контроля не более допустимого.

В методических указаниях предусматривается, что качество работы лаборатории признается удовлетворительным, если доля забракованных результатов не превышает 15%. Последняя величина назначена с учетом доверительной вероятности норматива контроля ($P=85\%$), включенной в большинство государственных стандартов на методы количественного химического анализа материалов черной металлургии и аттестованных МВИ.

Фактически же доля забракованных резуль-

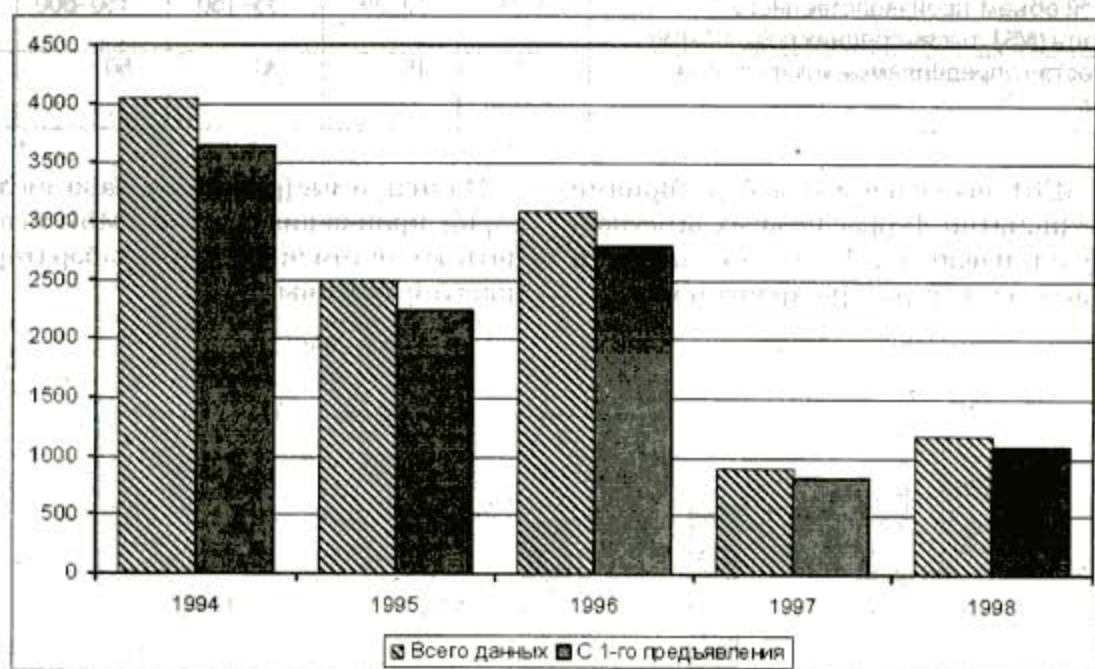


Рис. 3. Количество результатов, полученных лабораториями-участниками МЛИ

татов оказывается значительно ниже (Рис. 3).

По результатам МЛИ лаборатория получает "Свидетельство о качестве работы аналитической лаборатории по результатам межлабораторных испытаний". В свидетельстве указаны анализируемые материалы и количество компонентов, в анализе которых лаборатория приняла участие. Отдельной строкой указано количество компонентов, точность результатов анализа которых соответствует установленным требованиям, а также процент результатов принятых с первого предъявления, и результатов, окончательно забракованных.

При положительных результатах контроля Институт стандартных образцов подтверждает качество результатов анализа данной аналитической лаборатории.

В приложении к свидетельству (по просьбе лаборатории) приводят результаты количественного анализа, полученные лабораторией в межлабораторных испытаниях в сопоставлении с аттестованным значением СО или средним арифметическим МЛИ.

Данные МЛИ широко использовались ранее институтом при аттестации, а в настоящее время – при аккредитации аналитических лабораторий.

ЛИТЕРАТУРА

1. Плинер Ю.Л., Кузьмин И.М. Метрологические проблемы аналитического контроля качества металлопродукции. М.: Металлургия, 1989. 216 с.

2. Статистический контроль качества работы аналитических лабораторий предприятий черной металлургии. Методические указания МУ МО 14-1-9-90. Екатеринбург: изд. ИСО ЦНИИЧМ, 1990.
