

*Е. А. Бондаренко, В. В. Варганов, Н. Н. Кончинко
(ПАО «УКРНИИ ОГНЕУПОРОВ ИМ. А. С. БЕРЕЖНОГО»,
г. Харьков, Украина)*

Внешний контроль качества работы химико-аналитических подразделений огнеупорных предприятий в 2016 году

Введение

Одним из направлений деятельности ПАО «УКРНИИ ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» является контроль качества работы химико-аналитических подразделений центральных заводских лабораторий огнеупорных предприятий Украины. Необходимость проведения внешнего контроля (межлабораторных сравнений) отражена в ДСТУ ISO/IEC 17025-2006 и СОУ-Н МПП 03.100-063-2005. Такая работа проводится институтом с 1988 года и позволяет оценить точность результатов проведения химических анализов огнеупоров и огнеупорного сырья как при паспортизации продукции, так и при проведении исследований.

Внешний лабораторный контроль проводится с целью оценки точности результатов измерений, выполняемых химико-аналитическими подразделениями огнеупорных предприятий. Дубликаты аналитических проб, подвергавшихся первичному химическому анализу и внутрилабораторному контролю на огнеупорных предприятиях, повторно анализируются в химико-аналитической лаборатории головной организации метрологической службы в огнеупорной подотрасли — в ПАО «УКРНИИ ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО».

Настоящая работа проведена в соответствии с методическими указаниями «Порядок организации и проведения контроля качества результатов количественного химического анализа состава материалов черной металлургии» СОУ-Н МПП 77.080-010:2004.

Работа проводилась по договорам с: ПАО «Красноармейский динасовый завод», ПАО «Часоваярский огнеупорный комбинат», ПАО «ВЕЛИКОАНАДОЛЬСКИЙ ОГНЕУПОРНЫЙ КОМБИНАТ».

Выполнение работ по внешнему контролю

Характеристика производственных проб и методов анализа

В течение 2016 года в ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» на внешний контроль поступили пробы от огнеупорных предприятий: ПАО «Красноармейский динасовый завод», ПАО «Часоваярский огнеупорный комбинат», ПАО «ВЕЛИКО-АНАДОЛЬСКИЙ ОГНЕУПОРНЫЙ КОМБИНАТ».

Химико-аналитическим подразделением ПАО «Красноармейский динасовый завод» были предоставлены восемь проб динасовых изделий и результаты анализа проб на содержание кремния (IV) и железа (III), выполненных по ДСТУ 3305.(3,5)—96 (ГОСТ 2642.(3,5)—97), р. 7,4.

Химико-аналитическим подразделением ПАО «Часоваярский огнеупорный комбинат» были предоставлены восемь проб алюмосиликатных изделий и результаты анализа данных проб на содержание оксида алюминия выполненного по ДСТУ 3305.4—96 (ГОСТ 2642.4—97), р. 4.

Химико-аналитическим подразделением ПАО «ВЕЛИКО-АНАДОЛЬСКИЙ ОГНЕУПОРНЫЙ КОМБИНАТ» были предоставлены восемь проб алюмосиликатных изделий и результаты анализа данных проб на содержание оксида алюминия и железа (III), выполненных по ДСТУ 3305.(4, 5)—96 (ГОСТ 2642.(4, 5)—97), рр. 4, 4.

Полученные пробы анализировались сотрудниками группы химико-аналитических исследований лаборатории № 8 ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» в соответствии с ГОСТ 2642.0—86 и ДСТУ 3305.(3, 4, 5)—96 (ГОСТ 2642. (3, 4, 5)—97).

Методика обработки результатов анализа

Результаты химического анализа производственных проб огнеупорных предприятий, выполненного в ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО», сопоставляли с результатами измерений, предоставленными контролируруемыми химико-аналитическими подразделениями, и рассчитывалась величина, характеризующая воспроизводимость и сходимость результатов анализа (γ), полученных в заводских лабораториях:

$$\gamma = \frac{|\bar{d}| \sqrt{n \bar{C}}}{d_k \bar{C}},$$

где $\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n (C_{1j} - C_{2j})$; $\bar{C} = \frac{1}{2n} \sum_{j=1}^n (C_{1j} + C_{2j})$; C_{1j} — результат измерения j -й пробы в контролируемом химико-аналитическом подразделении, %; C_{2j} — результат измерений j -й пробы в лаборатории УКРНИИО, %; n — количество анализируемых проб с массовыми долями компонентов в одном и том же интервале норм точности; d_k — допустимое по НД на метод измерений расхождение между результатами двух параллельных измерений, полученных в различных условиях, %; \bar{C} — среднеарифметическое значение результатов измерений j -х проб в контролируемом химико-аналитическом подразделении предприятия и в химико-аналитической лаборатории УКРНИИО; \bar{C} — среднее значение массовой доли компонента в данном интервале, %.

Результаты внешнего контроля по контролируемому компоненту в данном интервале норм точности считаются удовлетворительными, если: $\gamma \leq 0,84$ и $(C_{1j} - C_{2j}) \leq d_k$ при всех j .

Результаты внешнего контроля ПАО «Красноармейский динасовый завод», ПАО «Часовоярский огнеупорный комбинат», ПАО «ВЕЛИКОАНОДОЛЬСКИЙ ОГНЕУПОРНЫЙ КОМБИНАТ» представлены в табл. 1–3.

Таблица 1

Результаты внешнего контроля ПАО «Красноармейский динасовый завод»

Определяемый компонент	Наименование подразделения, выполнившего анализ	Массовые доли определяемого компонента в пробах одного интервала, %								d_k , %	γ
		1	2	3	4	5	6	7	8		
SiO ₂	Химико-аналитическое подразделение предприятия	94,3	94,3	94,5	94,1	94,8	94,4	94,0	94,5	0,7	0,24
	Химико-аналитическая лаборатория ПАО «УКРНИИО»	94,0	94,5	94,6	94,5	94,5	94,0	93,7	94,5		
Fe ₂ O ₃	Химико-аналитическое подразделение предприятия	1,34	1,20	1,26	1,12	1,09	1,10	1,18	1,30	0,09	0,20
	Химико-аналитическая лаборатория ПАО «УКРНИИО»	1,30	1,26	1,30	1,12	1,12	1,06	1,17	1,30		

Таблица 2

Результаты внешнего контроля ПАО «Часоваярский огнеупорный комбинат»

Определяемый компонент	Наименование подразделения, выполнившего анализ	Массовые доли определяемого компонента в пробах одного интервала, %								$d_k, \%$	γ
		1	2	3	4	5	6	7	8		
Al ₂ O ₃	Химико-аналитическое подразделение предприятия	33,2	34,7	38,4	39,5	29,0	22,7	26,3	31,8	0,6	0,13
	Химико-аналитическая лаборатория ПАО «УКРНИИО»	33,5	34,5	38,0	39,5	29,2	23,0	26,2	31,9		

Таблица 3

Результаты внешнего контроля ПАО «ВЕЛИКОАНАДОЛЬСКИЙ ОГНЕУПОРНЫЙ КОМБИНАТ»

Определяемый компонент	Наименование подразделения, выполнившего анализ	Массовые доли определяемого компонента в пробах одного интервала, %								$d_k, \%$	γ
		1	2	3	4	5	6	7	8		
Al ₂ O ₃	Химико-аналитическое подразделение предприятия	39,7	39,1	40,8	38,0	39,0	31,0	33,6	38,5	0,6	0,13
	Химико-аналитическая лаборатория ПАО «УКРНИИО»	40,0	39,0	40,6	38,3	39,1	31,1	33,3	38,8		
Fe ₂ O ₃	Химико-аналитическое подразделение предприятия	1,57	1,78	1,21	1,66	1,86	1,56	1,05	1,22	0,09	0,20
	Химико-аналитическая лаборатория ПАО «УКРНИИО»	1,58	1,75	1,21	1,63	1,88	1,58	1,04	1,20		

Из данных табл. 1—3 следует, что расхождения между средними результатами определения компонентов в химико-аналитическом подразделении огнеупорных предприятий и в химико-аналитической лаборатории ПАО «УКРНИИО ИМЕНИ А. С. БЕРЕЖНОГО» не превышают величину γ по НД.

Качество работы химико-аналитических подразделений центральных заводских лабораторий всех перечисленных выше предприятий удовлетворительное. Рекомендаций по улучшению точности результатов анализа не требуется.

Заключение

Осуществлен внешний контроль качества работы химико-аналитических подразделений центральных заводских лабораторий: ПАО «Красноармейский динасовый завод», ПАО «Часовоярский огнеупорный комбинат», ПАО «ВЕЛИКОАНАДОЛЬСКИЙ ОГНЕУПОРНЫЙ КОМБИНАТ». При проведении химического анализа проб огнеупоров перечисленных предприятий применялись методы анализа, аппаратура и материалы, изложенные в ДСТУ 3305.(3, 4, 5)—96 (ГОСТ 2642.(3, 4, 5)—97) — гравиметрический (SiO_2), комплексометрический (Al_2O_3), фотометрический (Fe_2O_3).

В результате проведенной работы составлены заключения, в которых качество работы химико-аналитических подразделений центральных заводских лабораторий ПАО «Красноармейский динасовый завод», ПАО «Часовоярский огнеупорный комбинат», ПАО «ВЕЛИКОАНАДОЛЬСКИЙ ОГНЕУПОРНЫЙ КОМБИНАТ» признано удовлетворительным.

Библиографический список

1. СОУ-Н МПП 77.080-012:2004. Нормы погрешности количественного химического анализа материалов черной металлургии. [Действующий от 2005-07-01]. К. : Минпромполитики Украины, 2004. 33 с. (Руководство Министерства промышленной политики Украины).
2. ДСТУ ISO/IEC 17025-2006 (ISO/IEC 17025:2005, IDT). Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій. [Чинний від 2007-07-01]. К. : Держспоживстандарт України, 2007. 26 с. (Національний Стандарт України).
3. ГОСТ 2642.0—86. Материалы и изделия огнеупорные. Общие требования к методам анализа [Действующий от 1986-07-01]. М. : Государственный комитет СССР по стандартам, 1986. 142 с. (Государственные стандарты союза ССР).
4. ДСТУ 3305.3—96 (ГОСТ 2642.3—97). Вогнетриви та вогнетривка сировина. Методи визначення оксиду кремнію (IV). [Чинний від 1999-01-01]. К. : Держстандарт України, 1998. 15 с. (Державний Стандарт України).
5. ДСТУ 3305.4—96 (ГОСТ 2642.4—97). Вогнетриви та вогнетривка сировина. Методи визначення оксиду алюмінію. [Чинний від 1999-01-01]. К. : Держстандарт України, 1998. 15 с. (Державний Стандарт України).
6. ДСТУ 3305.5—96 (ГОСТ 2642.5—97). Вогнетриви та вогнетривка сировина. Методи визначення оксиду заліза(III). [Чинний від 1999-01-01]. К. : Держстандарт України, 1998. 11 с. (Державний Стандарт України).

References (transliterated)

1. SOU MPP 77.080-012:2004. *Normy pogreshnosti kolichestvennogo khimicheskogo analiza materialov chernoy metallurgii* [Norms of error in the quantitative chemical analysis of materials of ferrous metallurgy]. Kyiv: Minprompolitiki Ukrainy Publ., 2004. 33 p. (Administration of the Ministry of Industrial Policy of Ukraine) (in Russian).
2. DSTU ISO/IEC 17025—2006 (ISO/IES 17025:2005, IDT). *Zahal'ni vymohy do kompetentnosti vyprobuval'nykh ta kalibruval'nykh laboratoriy* [State Standard of Ukraine ISO/IEC 17025-2006 (ISO/IES 17025:2005, IDT)]. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories]. Kyiv: Derzhspozhyvtandart Ukrayiny Publ., 2007. 26 p. (in Ukrainian).
3. GOST 2642.0—86. *Materialy i izdeliya ognepornyye. Obshchiye trebovaniya k metodam analiza* [State Standard 2642.0—86. Refractory materials and products. General requirements for analysis methods]. Moscow, USSR State Committee for Standards Publ., 1986, 142 p. (in Russian).
4. DSTU 3305.3—96 (GOST 2642.3—97). *Vohnetryvy ta vohnetryvka syrovyna. Metody vyznachennya oksydu kremniyu (IV)* [State Standard of Ukraine 3305.3—96 (GOST 2642.3—97). Refractory and refractory raw materials. Methods of determination of silicon oxide (IV)]. Kyiv: Derzhspozhyvtandart Ukrayiny Publ., 1998. 15 p. (in Ukrainian).
5. DSTU 3305.4—96 (GOST 2642.4—97). *Vohnetryvy ta vohnetryvka syrovyna. Metody vyznachennya oksydu alyuminiyu* [State Standard of Ukraine 3305.4—96 (GOST 2642.4—97). Refractory and refractory raw materials. Methods of determination of aluminum oxide]. Kyiv: Derzhstandart Ukrayiny Publ., 1998. 15 p. (in Ukrainian).
6. DSTU 3305.5—96 (GOST 2642.5—97). *Vohnetryvy ta vohnetryvka syrovyna. Metody vyznachennya oksydu zaliza(III)* [State Standard of Ukraine 3305.5—96 (GOST 2642.5—97). Refractory and refractory raw materials. Methods of determination of iron oxide (III)]. Kyiv: Derzhstandart Ukrayiny Publ., 1998. 11 p. (in Ukrainian).