

Опыт производства стандартных образцов в АО «Иргиредмет»

Зеленкова А. В., Прокопьева С. В., Максимчук Е. В.

АО «Иркутский научно-исследовательский институт благородных и редких металлов и алмазов»,
г. Иркутск, Россия, e-mail: av@irgiredmet.ru; analytic@irgiredmet.ru; evm@irgiredmet.ru

Аннотация: Кратко изложен накопленный опыт в разработке и выпуске стандартных образцов различного состава в АО «Иргиредмет». Приведены особенности разработки, оценки метрологических характеристик и продления сроков годности образцов. В качестве примера приведена информация о выпуске стандартных образцов состава руды золотокварцевой СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6), аттестованных по содержанию Au, Ag, As_{общ.}, As_{сульфид.}, S_{общ.}, S_{сульфид.}, C_{общ.}, C_{орг.}.

Ключевые слова: стандартные образцы состава, аттестация, метрологические характеристики, межлабораторный эксперимент, руда, продукты переработки руды, золото, серебро

Имея с 1976 г. традиции выпуска разнообразных по составу стандартных образцов (далее – СО), в том числе более 390 единиц СО состава золотосодержащих и иных руд и продуктов их переработки, АО «Иргиредмет» разработал и поддерживает систему менеджмента согласно требованиям [1]. Испытательные лаборатории добывающей промышленности широко используют данные СО для демонстрации своей компетентности (п. 7.7 [2]) и для обеспечения метрологической прослеживаемости (п. 6.5 [2,3]).

Аттестованные значения метрологических характеристик в выпускаемых СО устанавливаются на основе межлабораторной аттестации по [4,5], по аттестованной методике измерений в одной лаборатории по [5], или по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления по [5]. Для установления метрологической прослеживаемости разработанные в институте СО утвержденных типов проходят испытание на Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1-2012.

В 2021 г. согласно [6] продлены сроки годности для СО состава угля активированного ГСО 10783-2016 (ЗАУ-1) ÷ ГСО 10785-2016 (ЗАУ-3) и смолы ионообменной ГСО 10786-2016 (ЗИС-1) ÷ ГСО 10788/2016 (ЗИС-3). Накопленный опыт в оценке стабильности СО состава руд и продуктов их переработки и др. показывает, что приводимый ранее в технической документации на СО, установленный по умолчанию срок годности в пять лет, может быть продлен как минимум до 10-15 лет. Работы в данном направлении будут продолжены.

В 2022 г. выполняются работы по продлению срока действия утверждения типа состава СО раствора ионов драгоценных металлов: золота ЗлР (ГСО 8429-2003, МСО 0623:2004, КООМЕТ 0038-2005-RU), серебра СрР (ГСО 8430-2003, МСО 0624:2004, КООМЕТ 0039-2005-RU), платины (IV) ПлР (ГСО 8431-2003, МСО 0625:2004, КООМЕТ 0040-2005-RU), палладия (II) ПдР (ГСО 8432-2003, МСО 0626:2004, КООМЕТ 0041-2005-RU). В техническую документацию планируется внести изменения с целью соответствия современным нормативным требованиям к обеспечению метрологической прослеживаемости.

Одними из интересных стандартных образцов, выпущенных за последние пять лет, являются стандартные образцы состава руды золотокварцевой СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6). В Табл. 1 представлены аттестованные метрологические характеристики данных СО:

Таблица 1. Метрологические характеристики (массовая доля, %; *млн-1)
СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6)

Компонент	Аттестованное значение, границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm\Delta$, при доверительной вероятности 0,95						
	NZHL20-0	NZHL20-1	NZHL20-2	NZHL20-3	NZHL20-4	NZHL20-5	NZHL20-6
Au*	0,023±0,004	0,41±0,02	1,12±0,02	3,52±0,05	6,1±0,1	9,2±0,2	44,2±0,6
Ag*	0,20±0,02	2,45±0,05	8,3±0,2	271±4	17,3±0,3	48,4±1,4	160±4
As общ.	0,0088±0,0004	0,177±0,004	0,58±0,02	1,14±0,04	1,50±0,03	1,44±0,02	1,47±0,02
As сульф.	0,0059±0,0004	0,156±0,006	0,52±0,02	1,03±0,01	1,38±0,02	1,34±0,02	1,40±0,01
S общ.	0,222±0,005	2,14±0,03	2,24±0,03	2,27±0,03	2,34±0,02	1,80±0,02	1,76±0,02
S сульф.	0,194±0,012	1,98±0,04	2,09±0,03	2,10±0,03	2,19±0,02	1,73±0,03	1,68±0,03
C общ.	2,79±0,04	2,23±0,03	2,02±0,02	1,09±0,03	1,56±0,03	1,52±0,02	1,15±0,02
C орг.	1,56±0,03	1,51±0,03	1,39±0,02	0,92±0,02	1,13±0,02	1,03±0,02	0,76±0,01

Образцы СОП 254 (NZHL20-0) ÷ СОП 260 (NZHL20-6) внесены в Отраслевой реестр, допущенных (рекомендованных) к применению при лабораторно-аналитическом обеспечении ГРР на ТПИ как стандартные образцы предприятия [7], прошли метрологическую экспертизу в ФГБУ «ВИМС». По результатам мониторинга информации, представленной в [7] и ФГИС «Аршин» [8], образцы с аттестованными значениями массовой доли фазового мышьяка в руде на территории РФ были выпущены впервые, поэтому уникальны. СО позволят в течение нескольких лет организации-заказчику обеспечить достоверность контроля процесса добычи и переработки руды.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р ИСО 17034-2021 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов. М.: ФГБУ РСТ, 2021. 28 с.
2. ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2019. 25 с.
3. СМ № 04.1-9.0011. Версия 03. Декабрь 2020 г. Политика Росаккредитации по метрологической прослеживаемости результатов измерений // Росаккредитация [сайт]. <https://fsa.gov.ru/documents/7503/>
4. ГОСТ 8.532-2002 Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержания и порядок работ. М.: Стандартинформ, 2008. 12 с.
5. РМГ 93-2015 Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2016. 32 с.
6. Р 50.2.031-2003 Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. 12 с.
7. Отраслевой реестр стандартных образцов, допущенных (рекомендованных) к применению при лабораторно-аналитическом обеспечении ГРР на ТПИ (1 квартала 2022 г.) // ФГБУ «ВИМС» [сайт]. https://vims-geo.ru/ru/activity/mimo/otraslevye_reestri/otraslevoj-reestr-standartnyh-obrazcov/
8. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Утвержденные типы стандартных образцов // ФГИС АРШИН [сайт]. <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19>