

REFERENTNI MATERIJALI U SISTEMU MERENJA

R. Andov, T. Stafilov, D. Mihajlović

Referentni materijali su specijalno pripremljeni materijali, čiji hemijski sastav i druge osobine dovoljno precizno su poznate i zvanično overene, tako da se ovi mogu koristiti za kontrolu tačnosti merenja.

U radu je dat pregled vrsti hemijskih i spektrohemijskih standardnih uzoraka, koji su deo referentnih materijala. Zatim, opisan je sistem referentnih materijala i stanje u našoj zemlji, uz određeni kritički osvrt na zakon o mernim jedinicama i merilima.

REFERENCE MATERIALS IN THE MEASURING SYSTEM

The reference materials are specially received materials which chemical composition and other features are enough and exactly established, as well as certified, which makes them available for using measuring accuracy control.

In this work, a review of different chemical and spectrochemical standard samples, which are part of reference materials, have been given. Then, the system of reference materials and situation in our country, with critical review on law regulations about measuring units and instruments have been described.

1. UVOD

Kao što je poznato, u životu savremenog čoveka sve se meri i upoređuje, jer se na taj način kvantificiraju sva dostignuća, rezultati rada, stečena bogatstva itd. Merenjima omogućujemo vrlo precizno upoređivanje današnjih dostignuća sa jučerašnjim. To je razlog što su ljudi odvajkada obraćali osobitu pažnju sistemima merenja.

U našoj zemlji problem merenja regulisan je Zakonom o mernim jedinicama i merilima (Sl. list SRFJ br. 9/84), kao i podzakonskim aktima donetim na osnovu istog. Kao što je poznato, ovim zakonom je regulisana: upotreba međunarodnog sistema mernih jedinica, kontrola merila, kao i regulisanje određenih pitanja iz oblasti referentnih materijala i pitanje ovlašćenih laboratorija za kontrolu etalona i merila.

U našoj zemlji postoji određeno iskustvo u pogledu upotrebe referentnih materijala, koje je stečeno i pre donošenja napred citiranog zakona. Stečena iskustva nisu baš sasvim u skladu sa odredbama zakona. Citiranim zakonom nastojano je da se reculiše, pre svega, pitanje ostvarivanja ili tačnije proizvodnje referentnih materijala kod nas, kako bi se izvršila supstitucija do sada upotrebljivanih uvoznih. Pitanje je koliko ovaj zakon može doprineti i pomoći u rešavanju problema proizvodnje. Smatramo da je problem referentnih materijala od veoma širokog značaja i u tesnoj vezi sa strategijom razvoja, osobito sa poboljšanjem kvaliteta naših proizvoda. Prema tome, za rešavanje ovog problema potrebno je angažovanje društvenih i stručnih snaga u našoj zemlji u najširem smislu.

Problem referentnih materijala u svetu posmatra se u obliku jednog složenog sistema, koji se sastoji od više podsistema: sistem izrade i atestiranja referentnih materijala, sistem upotrebe istih i sistem kontrole proizvodnje i upotrebe. Poznato je da mi u Jugoslaviji nemamo uvedeno takav sistem. Međutim, ulažu se početni naponi da se takav sistem uvede, čemu je, ipak, znatno doprinelo usvajanje napred citiranog zakona, zalažanje Saveznog zavoda za mere i dragocene metale i stručnjaka iz oblasti analitike.

2. VRSTE REFERENTNIH MATERIJALA I NJIHOVA UPOTREBA

Referentni materijali su specijalno pripremljeni materijali (uzorci) čiji su hemijski sastav ili fizičke osobine, koje definišu njihov kvalitet, tačno i precizno utvrđenje i oznate, kao i zvanično overene od strane ovlašćene ustanove, tako da se ovi mogu upotrebljavati za kontrolu tačnosti merenja u javnom prometu uz upotrebu složenih mernih metoda.

Referentni materijali u praksi susreću se i pod drugim nazivima, kao što su: standardni referentni materijali, materijali sa sertifikatom, standardni uzorci, etaloni, materijali za uporedjenje itd. Najbrojniji su referentni materijali koji se upotrebljavaju za kontrolu merenja prilikom utvrđivanja hemijskih sastava složenih hemijsko-analitičkim metodama kod sledećih materijala: minerali, rude, metali i drugo. Hemijski sastav određuje se sa ciljem kontrole kvaliteta, kontrola ili vođenje tehnološkog procesa i u naučnoistraživačkom radu. Ove referentne materijale susrećemo pod nazivom hemijski i spektrohemijski standardni uzorci.

Referentni materijali nalaze svoju primenu u velikom broju industrijskih, naučnih i drugih grana u privredi. U tom smislu prednjače: rudarstvo, metalurgija, industrija prerade metala i nemetala, hemijska industrija, farmaceutska industrija, proizvodnja hrane, ekologija i druge. Uz njihovu pomoć, veoma uspešno se vrši uskladjivanje kriterijuma tačnosti merenja hemijskih sastava, složenih i veoma podložnim greškama analitičkim metodama.

Osim za merenja kod utvrđivanja hemijskog sastava, referentni materijali se koriste i za kontrolu merenja različitih fizičkih osobina kao što su: granulometrijski sastav, kalorična moć, mehaničke osobine (savijanje, kidanje, tvrdoća i drugo), specifična težina, specifična toplota, masa, zapremina i drugo. Međutim, s obzirom na to da je broj hemijskih i spektrohemijskih standardnih uzoraka najbrojniji, a autori su hemičari i imaju iskustvo u primeni i izradi ovih, dalje izlaganje će biti usmereno ka obrazlaganju problema hemijskih i spektrohemijskih standardnih uzoraka.

Hemijski i spektrohemijski standardni uzorci, kao što samo ime kaže, koriste se za kontrolu merenja hemijskih sastava upotrebom klasično hemijskih i spektrohemijskih analitičkih metoda. Verovatno, ispravnije je ako analitičke metode podelimo na metode koje za analizu uzoraka traže njihov monolitni oblik i one koje traže prevodjenje uzoraka u rastvorenom obliku. Analitičke metode, koje traže za merenje upotrebu uzoraka u obliku rastvora, u koje spadaju: klasično hemijske (gravimetrija, volumetrija i dr.), spektrofotometrijske, elektrohemijske, atomsko apsorpciono spektrofotometrijske, ICP emisiono spektroskopske, faktički upotrebljavaju uzorke u obliku praha ili strugotina a redje u obliku rastvora.

Savremene analitičke metode, koje se osobito masovno upotrebljavaju za brzo i tačno praćenje ili vođenje tehnoloških procesa sa čestom i brzom primenom hemijskih sastava, kao što su optičko-emisiona i rentgensko fluorescentna spektrometrija, upotrebljavaju uzorke kompaktnog oblika.

Hemijski standardi proizvode se kao pojedinačni uzorci i u serijama u kojima atestirane komponente imaju tok porasta koncentracija u odredjenim granicama. Spektrohemijski standardi, takodje, proizvode se pojedinačno ili u serijama, ali ovih ima i u obliku parova. Standardni uzorci u obliku parova, obično su namenjeni za kalibraciju mernih kanala instrumenata i jedan od njih ima minimalnu koncentraciju a drugi maksimalnu u okviru mernog područja. Osim toga, za spektrohemijske metode potrebni su i korekcionni standardi, koji su neophodni za eliminaciju grešaka izazvanih raznim interferencijama, uticaji matriksa, osnovnog elementa, trećih elemenata, mineraloških i metalografskih struktura itd.

Namena standardnih uzoraka je veoma raznolika. Isti se koriste u kontroli kvaliteta, u kontroli međufaznih tehnoloških procesa, za istraživačke potrebe u analitici, za istraživačke potrebe uopšte, osobito kod ispitivanja novih vrsta materijala, novih tehnoloških procesa itd. Zatim, za kalibraciju i baždarenje analitičko-mernih instrumenata, testiranje novih instrumenata i dokazivanje njihovih performansi, testiranje novih analitičkih metoda, analitičkih laboratorija, laboranata i drugo. Jedna od najznačajnijih primena referentnih materijala u javnom prometu robom je njihova upotreba kod arbitražnih analiza.

Standardne uzorke možemo podeliti prema poreklu, načinu atestiranja, nameni, upotrebi i dr. S obzirom na poreklo i način atestiranja, kod standardnih uzoraka primećuje se odredjena hijerarhija, koja može biti veoma značajna za sistem merenja.

Međunarodne standardne uzorke proizvode renomirane i poznate institucije u svetu i koriste se u merenjima namenjenim međunarodnom prometu robom. Smatraju se standardima vrhunskog kvaliteta, zbog čega su na najvišoj stepenici hijerarhije. Njihov asortiman je takav da ne može zadovoljiti sve potrebe u praksi. Nabavka ovih materijala vrši se za devize uz veoma visoku cenu i uz velike teškoće.

Nacionalni standardi su oni koji su proizvedeni u okviru jedne države i namenjeni su za kontrolu merenja u okviru iste i u okviru njenih standarda. Isti mogu zadovoljiti potrebe te države u mnogo većem razmeru. Ovi standardi po rangu su iza međunarodnih.

Standardni uzorci namenjeni za lokalnu upotrebu, izrađuju se u lokalnim laboratorijama, u radnim organizacijama, gde će biti korišćeni. Ova vrsta standarda, najčešće, koristi se za kontrolu tehnoloških procesa kvantometrima, prema tome proizvode se u čvrstim komadima kao spektroskopski standardi. Materijal za njihovu izradu uzima se iz sopstvenih proizvodnih pogona, najčešće jedan do dva komada. Prilikom uzimanja materijala, mora se voditi računa da uzeti uzorci budu visokog kvaliteta i po ničemu ne ostaju za kvalitetom nacionalnih i međunarodnih. S obzirom na činjenicu da se uzima materijal za izradu ovih standarda iz istih proizvodnih pogona uz istu tehnologiju uzimanja, kao i uzorci koji će biti redovno analizirani, ispunjena je veoma važna metrološka osobina za kvalitet merenja a to je, istovetnost standarda i uzoraka.

Savremene analitičke metode, koje se osobito masovno upotrebljavaju za brzo i tačno praćenje ili vođenje tehnoloških procesa sa čestom i brzom primenom hemijskih sastava, kao što su optičko-emisiona i rentgensko fluorescentna spektrometrija, upotrebljavaju uzorke kompaktnog oblika.

Hemijski standardi proizvode se kao pojedinačni uzorci i u serijama u kojima atestirane komponente imaju tok porasta koncentracija u određenim granicama. Spektrohemijski standardi, također, proizvode se pojedinačno ili u serijama, ali ovih ima i u obliku parova. Standardni uzorci u obliku parova, obično su namenjeni za kalibraciju mernih kanala instrumenata i jedan od njih ima minimalnu koncentraciju a drugi maksimalnu u okviru mernog područja. Osim toga, za spektrohemijske metode potrebni su i korekcionni standardi, koji su neophodni za eliminaciju grešaka izazvanih raznim interferencijama, uticaji matriksa, osnovnog elementa, trećih elemenata, mineraloških i metalografskih struktura itd.

Namena standardnih uzoraka je veoma raznolika. Isti se koriste u kontroli kvaliteta, u kontroli međufaznih tehnoloških procesa, za istraživačke potrebe u analitici, za istraživačke potrebe uopšte, osobito kod ispitivanja novih vrsta materijala, novih tehnoloških procesa itd. Zatim, za kalibraciju i baždarenje analitičko-mernih instrumenata, testiranju novih instrumenata i dokazivanju njihovih performansi, testiranju novih analitičkih metoda, analitičkih laboratorija, laboranata i drugo. Jedna od najznačajnijih primena referentnih materijala u javnom prometu robom je njihova upotreba kod arbitražnih analiza.

Standardne uzorke možemo podeliti prema poreklu, načinu atestiranja, nameni, upotrebi i dr. S obzirom na poreklo i način atestiranja, kod standardnih uzoraka primećuje se određena hijerarhija, koja može biti veoma značajna za sistem merenja.

Međunarodne standardne uzorke proizvode renomirane i poznate institucije u svetu i koriste se u merenjima namenjenim međunarodnom prometu robom. Smatraju se standardima vrhunskog kvaliteta, zbog čega su na najvišoj stepenici hijerarhije. Njihov asortiman je takav da ne može zadovoljiti sve potrebe u praksi. Nabavka ovih materijala vrši se za devize uz veoma visoku cenu i uz velike teškoće.

Nacionalni standardi su oni koji su proizvedeni u okviru jedne države i namenjeni su za kontrolu merenja u okviru iste i u okviru njenih standarda. Isti mogu zadovoljiti potrebe te države u mnogo većem razmeru. Ovi standardi po rangu su iza međunarodnih.

Standardni uzorci namenjeni za lokalnu upotrebu, izrađuju se u lokalnim laboratorijama, u radnim organizacijama, gde će biti korišćeni. Ova vrsta standarda, najčešće, koristi se za kontrolu tehnoloških procesa kvantometrija, prema tome proizvode se u čvrstim komadima kao spektroskopski standardi. Materijal za njihovu izradu uzima se iz sopstvenih proizvodnih pogona, najčešće jedan do dva komada. Prilikom uzimanja materijala, mora se voditi računa da uzeti uzorci budu visokog kvaliteta i po ničem ne zastaju za kvalitetom nacionalnih i međunarodnih. S obzirom na činjenicu da se uzima materijal za izradu ovih standarda iz istih proizvodnih pogona uz istu tehnologiju uzimanja, kao i uzorci koji će biti redovno analizirani, ispunjena je veoma važna metrološka osobina za kvalitet merenja a to je, istovetnost standarda i uzoraka.

Prema načinu testiranja imamo primarne i sekundarne standarde. Primarni standardi atestiraju se po utvrđenom i dugotrajnom postupku uz učešće većeg broja ovlašćenih hemijsko-analitičkih laboratorija, pri čemu koriste se veoma precizne i pouzdane absolutne analitičke metode. Sekundarni standardi se atestiraju na osnovu primarnih. Pri tome, uz pomoć primarnih standarda izvrši se kalibracija i baždarenje određenog merno analitičkog instrumenta a zatim se izvrši analiza uzoraka namenjenih za sekundarne standarde. Medjunarodni standardi mogu biti primarni u odnosu na nacionalne i lokalne, nacionalne u odnosu na lokalne i standardi jedne napredne laboratorije u odnosu na druge u razvoju itd.

Standardni uzorci imaju više kvalitetnih osobina, kao što su: fizičke, hemijske i metrološke, koje su veoma značajne u sistemu merenja. Fizičke osobine karakterišu se na osnovu oblika, dimenzija, granulometrijski sastav, mineraloške odnosno metalografske strukture, homogenosti i drugo. Hemijske osobine standarda osobito su značajne, jer isti određuje vrstu materijala. Zatim, hemijske osobine određuju broj atestiranih komponentata, broj prisutnih ali neatestiranih elemenata, koncentracija atestiranih i neatestiranih elemenata itd. Metrološke karakteristike standarda kao kvalitetne osobine, najznačajnije su za sistem merenja i za tačnost hemijske analize. Ove osobine mogu biti: podobnost za primenjenu analitičku metodu, preciznost izvršene atestacije, stepen poverenja kojim se isti mogu koristiti, istovetnost standarda i uzoraka koji se analiziraju, homogenost standardnih uzoraka itd. Sve vrste i kategorije uzoraka koje smo nabrojali napred moraju posedovati nabrojane kvalitetne osobine da bi mogli biti standardni uzorci.

3. SISTEM REFERENTNIH MATERIJALA

Kao što je rečeno u uvodnom delu ovog rada, problem referentnih materijala u svetu smatra se određenim sistemom, koji se sastoji od tri podsistema:

1. Proizvodnja referentnih materijala pretstavlja složen proces u čiju realizaciju moraju uzeti aktivno učešće veliki broj institucija i pojedinaca iz jednog društva. Problem referentnih materijala nije problem, recimo, jedne radne organizacije ili neke institucije, makar ista bila i zakonom ovlašćeni Zavod za mere i dragocene metale, nego je to problem čitavog društva, jer referentni materijali su značajan faktor za funkcioniranje sistema koji obezbeđuje kvalitet sirovina, materijala i gotovih proizvoda, kojima je hemijski sastav značajna kvalitetna osobina. Na primer, u SSSR-u u sistemu za izradu standarda uključeni su 82 preduzeća u kojima se ne ubrajaju oni koji učestvuju samo u atestaciju standarda. Zatim u tom sistemu uključena su još i 23 ministarstva, resora ministarstva i akademija. Slično je stanje u SAD i drugim zapadnim zemljama.

Prema podacima u stručnoj i naučnoj literaturi, za uspostavljanje sistema referentnih materijala, najznačajnije je stvoriti centre osposobljene za proizvodnju pojedinih vrsta i kvaliteta standardnih uzoraka, kao što su na primer standardi sa osnovom željeza, aluminijuma, bakra, olova, cinka i dr., kao i različitih ferolegura i drugih vrsta materijala. U tom cilju potrebna su

istraživanja i osposobljavanja koje se moraju finansirati. U istočnim zemljama to čini država a u zapadnim zemljama to pokreće interes za profitom, koji se ne može ostvariti bez kvalitetne proizvodnje i kontrole iste. U Jugoslaviji organizacija proizvodnje standardnih uzoraka i drugih vrsta referentnih materijala, tek je u začetku, iako se čine napori već više godina unazad. Naime, nije rešen problem finansiranja početnih istraživanja i osposobljavanje pojedinih centara za proizvodnju standarda, osujećuje svaki naš dosadašnji pokušaj.

Neke naše analitičke laboratorije poseduju određena iskustva za izradu standarda za lokalnu upotrebu, koji se ne proizvode u vidu velikih partija koji će moći da zadovolje potrebe većeg broja korisnika za duži vremenski period, nego samo po jedan do nekoliko uzoraka. Proizvodnja većih partija standarda zahteva mnogo veća i specifična znanja i iskustva, koja se moraju steći kroz sopstvena istraživanja. Iskustva drugih nisu dostupna, jer se čuvaju kao osobito značajne poslevne tajne.

2. Kao što je u uvodnom delu istaknuto, u našoj zemlji koriste se standardi međunarodnog porekla. Njih koriste laboratorije koje su na višem stupnju svoj razvoja i oni koji mogu nabaviti iste iz uvoza. Broj laboratorija kojima su nedostupni inostrani standardi nije mali u našoj zemlji. Možda u ovome treba tražiti jedan od uzroka što se često dešava da nam iz inostranstva vraćaju nekvalitetne proizvode i što se veoma često uvozi nekvalitetna roba i proizvodi. Zbog toga uvereni smo da u Jugoslaviji treba problem upotrebe standarda regulisati propisima.

3. Kontrola izrade i upotrebe referentnih materijala, kod nas regulisano je odgovarajućim zakonom, kao što je to već naglašeno u uvodu. Tendencija u zakonu da se ostvari proizvodnja i kontrola nad proizvodnjom i upotrebom standarda je nerealna. Očigledno problem referentnih materijala u predmetnom zakonu pokušano je da se reši na isti način kao i za etalone osnovnih mernih jedinica. Međutim, problem proizvodnje, distribucije, upotrebe i kontrole istih, mora da se vrši na drugačijim principima koji neće biti smetnja u praksi. Dato pravo Saveznom zavodu za mere i dragocene metale predmetnim zakonom, sadrži u sebi komercijalne pretenzije koje će biti teško ostvareni i mogu štetiti uspostavljanju sistema referentnih materijala. Tendencija u zakonu da se uspostavi kontrola nad svim vidovima referentnih materijala, smatramo da je nerealna i neizvodljiva. Na primer, kontrola nad standardnim uzorcima za lokalnu upotrebu, smatramo, nije potrebna i nije moguća... jer njihov broj u praksi se menja veoma brzo a njihova kontrola blokirala bi rad laboratorija, osobito onih koji se bave kontrolom tehnoloških procesa.

Mogli bi uputiti još kritika zakonu o mernim jedinicama i merilima (Glava VI), jer zaista ovaj ne reguliše potrebe na pravi način i u skladu sa našim i inostranim iskustvima i potrebama u svakodnevnoj praksi.

4. ZAKLJUČAK

Na osnovu prethodno iznetog možemo zaključiti da referentni materijali, odnosno, standardni uzorci, imaju veoma značajnu ulogu u sistemu merenja. Njihovom upotrebom u radu analitičkih labo-

ratorija postiže se velika podudarnost merenja različitih laboratorija.

U našoj zemlji ne postoji organizovani sistem referentnih materijala, ali se trenutno prave početni naponi za njegovo uspostavljanje. Proizvodnja, upotreba i kontrola upotrebe i proizvodnje referentnih materijala je u tesnoj vezi sa strategijom tehnološkog razvoja zemlje, sa težnjom za poboljšanje kvaliteta proizvoda naše industrije i opstanak naših proizvoda na inostranom tržištu.

5. LITERATURA

1. A. B. Šaevič, Standardnie obrasci dlja analitičeskih celeh, Himija, Moskva, 1987, str. 184.
2. V. V. Stepin, V. I. Ustinova, N. D. Fedorova, N. V. Staškova, V. I. Kurbatova, V. A. Kozmin. Ž. Anal. Him. 42, 1973 (1987).

Risto Andov i Dragan Mihajlović, OOZT Tehnička kontrola, Rudnici i železarnica "Skopje", 91000 Skopje, i
Trajče Stafilov, OOZT Institut za rudarstvo i metalurgiju, Rudnici i železarnica "Skopje", 91000 Skopje.