
STRUČNE INFORMACIJE PRIKAZI

REFERENTNI MATERIJALI U SISTEMU MJERENJA

R. Andov, T. Stafilov, D. Mihajlović

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

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

I. U V O D

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

U našoj zemlji problem mjerenja regulisan je Zakonom o mjernim jedinicama i mjerilima ("Sl. list SFRJ", br. 9/84.), kao i podzakonskim aktima donijetim na osnovu istog. Kao što je poznato, ovim zakonom je regulisana: upotreba međunarodnog sistema mjernih jedinica, kontrola mjerila, kao i regulisanje određenih pitanja iz oblasti referentnih materijala i pitanje ovlašćenih laboratorija za kontrolu etalona i mjerila.

U našoj zemlji postoji određeno iskustvo u pogledu upotrebe referentnih materijala, koje je stečeno i prije donošenja naprijed citiranog zakona. Stečena iskustva nisu baš sasvim u skladu sa odredbama zakona. Citiranim zakonom nastojano je da se reguliše, prije 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 doprinijeti i pomoći u rješavanju problema proizvodnje. Smatramo da je problem referentnih materijala od veoma širokog značaja i u tijesnoj vezi sa strategijom razvoja, osobito sa poboljšanjem kvaliteta naših proizvoda. Prema tome, za rješavanje ovog problema potrebno je angažovanje društvenih i stručnih snaga u našoj zemlji u najširem smislu.

Problem referentnih materijala u svijetu 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 doprinijelo usvajanje naprijed citiranog zakona, zalaganje Saveznog zavoda za mjere i dragocjene 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 poznate, kao i zvanično ovjerene od strane ovlašćene ustanove, tako da se ovi mogu upotrebljavati za kontrolu tačnosti mjerenja u javnom prometu uz upotrebu složenih mjernih 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 upoređivanje itd. Najbrojniji su referentni materijali koji su upotrebljavaju za kontrolu mjerenja prilikom utvrđivanja hemijskih sastava složenih hemijsko-analitičkim metodama kod slijedećih materijala: minerali, rude, metali i drugo. Hemijski sastav određuje se sa ciljem kontrole kvaliteta, kontrola ili vodjenje tehnološkog procesa i u naučnoistraživačkom radu. Ove referentne materijale susrećemo pod nazivom hemijski i spektrohemijski standardni uzorci.

Referentni materijali nalaze svoju primjenu 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 uspješno se vrši uskladjivanje kriterijuma tačnosti mjerenja hemijskih sastava, složenim i veoma podložnim greškama analitičkim metodama.

Osim za mjerenja kod utvrđivanja hemijskog sastava, referentni materijali se koriste i za kontrolu mjerenja 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 primjeni i izradi ovih, dalje izlaganje će biti usmjereno ka obrazlaganju problema hemijskih i spektrohemijskih standardnih uzoraka.

Hemijski i spektrohemijski standardni uzorci, kao što samo ime kaže, koriste se za kontrolu mjerenja hemijskih sastava upotrebom klasično hemijskih i spektrohemijskih analitičkih metoda. Vjerovatno, ispravnije je ako analitičke metode podijelimo na metode koje

za analizu uzoraka traže njihov monolitni oblik i one koje traže proizvodjenje uzoraka u rastvorenom obliku. Analitičke metode, koje traže za mjerenje upotrebu uzoraka u obliku rastvora, u koje spadaju: klasično hemijske (gravimetrija, volumetrija i dr.), spektrofotometrijske, elektrohemijske, atomsko apsorpciono spektrofotometrijske, ICP emisi-ono 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 vodjenje tehnoloških procesa sa čestom i brzom primjenom hemijskih saveta, 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 namjenjeni za kalibraciju mjernih kanala instrumenata i jedan od njih ima minimalnu koncentraciju a drugi maksimalnu u okviru mjernog 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.

Namjena 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-mjernih instrumenata, testiranju novih instrumenata i dokazivanju njihovih performansi, testiranju novih analitičkih metoda, analitičkih laboratorija, laboranata i drugo. Jedna od najznačajnijih primjena referentnih materijala u javnom prometu robom je njihova upotreba kod arbitražnih analiza.

Standardne uzorke možemo podijeliti prema porijeklu, načinu atestiranja, namjeni, upotrebi i dr. S obzirom na porijeklo i način atestiranja, kod standardnih uzoraka primjećuje se odredjena hijerarhija, koja može biti veoma značajna za sistem mjerenja.

Medjunarodne standardne uzorke proizvode renomirane i poznate institucije u svijetu i koriste se u mjerenjima namjenjenim medjunarodnom 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 cijenu i uz velike teškoće.

Nacionalni standardi su oni koji su proizvedeni u okviru jedne države i namijenjeni su za kontrolu mjerenja u okviru iste i u okviru njenih standarda. Isti mogu zadovoljiti potrebe te države u mnogo većem razmjeru. Ovi standardi po rangu su iza medjunarodnih.

Standardni uzorci namijenjeni za lokalnu upotrebu, izgrađuju se u lokalnim laboratorijama, u radnim organizacijama, gdje 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 zaostaju 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 mjerenja a to je, istovjetnost 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 apsolutne analitičke metode. Sekundarni standardi se atestiraju na osnovu primarnih. Pri tome, uz pomoć primarnih standarda izvrši se kalibracija i baždanjenje odredjenog mjerno-analitičkog instrumenta a zatim se završi analiza uzoraka namjenjenih za sekundarne standarde. Međunarodni 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 mjerenja. 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 odredjuje vrstu materijala. Zatim, hemijske osobine odredjuju broj atestiranih komponenata, broj prisatnih ali neatestiranih elemenata, koncentracija atestiranih i neatestiranih elemenata itd. Metrološke karakteristike standarda kao kvalitetne osobine, najznačajnije su za sistem mjerenja i za tačnost hemijske analize. Ove osobine mogu biti: podobnost za primjenjenu analitičku metodu, preciznost izvršene atestacije, stepen povjerenja kojim se isti mogu koristiti, istovjetnost standarda i uzoraka koji se analiziraju, homogenost standardnih uzoraka itd. Sve vrste i kategorije uzoraka koje smo nabrojali naprijed moraju posjedovati nabrojane kvalitetne osobine da bi mogli biti standardni uzorci.

3. SISTEM REFERENTNIH MATERIJALA

Kao što je rečeno u uvodnom dijelu ovog rada, problem referentnih materijala u svijetu smatra se odredjenim sistemom, koji se sastoji od tri podsistema:

1. Proizvodnja referentnih materijala predstavlja 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 mjere i dragocjene metale, nego je to problem čitavog društva, jer referentni materijali su značajan faktor za funkcioniranje sistema koji obezbjeđuju je kvalitet sirovina, materijala i gotovih proizvoda, kojima je hemijski sastav značajna kvalitetna osobina. Na primjer, u SSSR-u u sistemima 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 primjer 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 riješen problem finansiranja početnih istraživanja i osposobljavanja pojedinih centara za proizvodnju standarda, osujećuje svaki naš dosadašnji pokušaj.

Neke naše analitičke laboratorije posjeduju 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 zahtijeva mnogo veća i specifična znanja i iskustva, koja se moraju steći kroz sopstvena istraživanja. Iskustva drugih nisu dostupna, jer se čuvaju kao osobito značajne poslovne tajne.

2. Kao što je u uvodnom dijelu istaknuto, u našoj zemlji koriste se standardi međunarodnog porijekla. Njih koriste laboratorije koje su na višem stupnju svog 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 uvjereni 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 riješi na isti način kao i za etalone osnovnih mjernih jedinica. Medjutim, 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 mjere i dragocjene metale predmetnim zakonom,

sadrži u sebi komercijalne pretenzije koje će biti teško ostvariti 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 primjer, kontrola nad standardnim uzorcima za lokalnu upotrebu, smatramo, nije potrebna i nije moguća jer njihov broj u praksi se mijenja veoma brzo a njihova kontrola blokirala bi rad laboratorija, osobito onih koji se bave kontrolom tehnoloških procesa.

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

4. Z A K L J U Č A K

Na osnovu prethodno iznijetog možemo zaključiti da referentni materijali, odnosno, standardni uzorci, imaju veoma značajnu ulogu u sistemu mjerenja. Njihovom upotrebom u radu analitičkih laboratorija postiže se velika podudarnost mjerenja različitih laboratorija.

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

5. L I T E R A T U R A

1. A.B.Šaevič, Standardnie obrasci dlja analitičeskikh 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 željeznica "Skopje", 91000 Skopje, i Trajče Stafilov, OOZT Institut za rudarstvo i metalurgiju, Rudnici i železarnica "Skopje", 91000 Skopje.

Prenešno iz
Zbornika radova JUKEM 13(1988.)
Svezak 1, strana 27-32.