

ПРОБЛЕМИ ВИГОТОВЛЕННЯ СТАНДАРТНИХ ЗРАЗКІВ СКЛАДУ ҐРУНТУ**Семенцова К. О.***

Національний науковий центр «Інститут ґрунтознавства та агрохімії ім. О.Н. Соколовського»

Висвітлюється історія створення та застосування стандартних зразків хімічного складу природних матеріалів. Обговорюються проблеми і труднощі, в даний час зі створенням нових стандартних зразків ґрунту. Підкреслюється актуальність робіт по розширенню типів стандартних зразків.

Ключові слова: стандартні зразки, процедура метрологічної атестації

Останнім часом необхідність підтвердження технічної компетентності вимірювальних лабораторій набуває все більшого значення в зв'язку з прийняттям цілого ряду нормативних документів, направлених на гармонізацію національного законодавства з міжнародним. Для реалізації на практиці принципів, закладених в законах України «Про технічні регламенти та процедури оцінки відповідності» від 05.06.2014 року, «Про метрологію та метрологічну діяльність» від 05.06.2014 року, «Про державний контроль за використанням та охороною земель» від 19.06.2003 року, перш за все, необхідно, щоб використовувана інформація була достовірною.

Складовою частиною забезпечення якості аналітичних робіт є використання стандартних зразків (СЗ) складу речовин. Згідно з ГСТУ 46.005-99 [1] стандартний зразок складу або властивостей речовин (матеріалу) є засобом вимірювання у вигляді відповідної кількості речовини або матеріалу, призначений для відтворення і зберігання розмірів величин, які характеризують склад або властивості цієї речовини (матеріалу), значення яких встановлені в результаті метрологічної атестації, і який використовується для передачі розміру одиниці під час повірки, калібрування, атестації методик вимірювань і затверджений чинним порядком як стандартний зразок.

Початок робіт зі створення стандартних зразків з встановленими вмістом елементів відноситься до 1949 р. і пов'язано з випуском перших стандартних зразків граніту G-1 і діабазу W-1. У 1951 р з'явилася перша публікація, в якій були наведені дані щодо методики приготування СЗ і результати міжлабораторного експерименту. Істотні розбіжності аналітичних даних, отримані в результаті міжлабораторного експерименту, стали несподіванкою для аналітиків.

У процесі створення СЗ перед авторами розробок стояла дилема: йти по шляху або приготування синтетичних зразків, в яких відхилення кожного компонента має бути відомо, або створення СЗ природних багатокомпонентних мінеральних речовин з усіма наслідками, що впливають труднощами у встановленні вмісту досліджуваних компонентів. Питання було вирішене на користь другого способу, так як синтетичний зразок не міг би відповідати в повній мірі фізико-хімічними властивостями природної матеріалам, а також мати кваліфікацію різних методів вимірювань.

Шістдесяті роки 20-го століття стали часом інтенсивного розвитку робіт, спрямованих на створення СЗ. До 1978 року було створено близько 10 СЗ ґрунтів (ГСО 1364-78 зі складу дерново-підзолистого ґрунту (САДПП-1), ГСО 1365-78 зі складу чорноземного ґрунту (САЧП-01), ГСО 1366-78 зі складу сіроземного ґрунту (САСП-01).

Зазначені зразки були випущені в невеликих кількостях (30-50 кг) і швидко розійшлися по аналітичним лабораторіям. Проведені роботи показали актуальність подібного роду досліджень і виявили величезну зацікавленість СЗ аналітичної служби країни.

Істотним недоліком цієї роботи стало те, що створені СЗ не були забезпечені метрологічною атестацією та обслуговуванням і вироблені в невеликих кількостях.

Провідними країнами, по виготовленню СЗ є США (NIST (the National Institute of Standards and Technology) – Національний інститут еталонів та технологій); Німеччина (BAM (Federal Institute for Materials Research and Testing) – Федеральний інститут дослідження матеріалів та випробувань), Великобританія, Бельгія (Спільний дослідницький центр європейської комісії в будинку науки сервісу), Росія (Всеросійський науково дослідний інститут імені Д.Н. Прянишникова ГНУ(ВНДІП)), Білорусія, Італія, Китай. В цих країнах протягом 20 років розробляються стандартні зразки ґрунтів атестовані на вміст мікроелементів-металів. В Україні такі стандартні зразки було виготовлено ДУ «Держґрунтохорона» тільки в 2014 році. До цього періоду в лабораторіях використовувались СЗ, які були виготовлені 1990-х в СРСР.

Таблиця. Перелік стандартних зразків ґрунту, атестованих на вміст мікроелементів металів, виготовлених в період 1990-2017 р.р. в Росії та Україні

Найменування СЗ	Номер СЗ в державному реєстрі стандартних зразків	Кількість атестованих компонентів
<i>Росія</i>		
Ґрунт чорнозему орного шару – «ПЧП-1»	8043-94	20
Ґрунт чорнозему підорного шару – «ПЧС-2»	8044-94	20
Ґрунт тундровий - «ПКП»	7184-95	24
Ґрунт дерново-підзолистий – «ПДП»	7185-95	22
Ґрунт лесовий «ПЛТ»	7186-95	23
Ґрунт лесовий суглинок (солончак) – «ПСТ»	7187-95	22
Ґрунт дерново-підзолистий – «ПДПВ»	8097-2002	19
СЗ складу ґрунтів ТЭП К	ГСО 9231-2008	8
СЗ складу ґрунтів ТЭП В	ГСО 9288-2009	8
<i>Україна</i>		
Чорнозем реградований малогумусний середньо-осуглинковий на лесі	37-009-2014	12
Чорнозем звичайний середньогумусний глибокий легкоглинистий	37-011-2014	12
Дерново-середньопідзолистий слабозмитий крупнопилувато-супіщаний	37-012-2014	12
Чорнозем південний важкосуглинковий на лесах	37-013-2014	12
Дерново-підзолистий глеюватий глинисто-піщаний	37-007-2014	12
Чорнозем південний малогумусний залишково-слабосолонцюватий важкосуглинковий	37-010-2014	12
Дерновий глеєвий осушений глинисто-піщаний	37-008-2014	12
Чорнозем глибокий малогумусний крупнопилуватий легкосуглинковий	37-014-2014	12
Сірий опідзолений середньосуглинковий	37-016-2014	12
Чорнозем глибоко-слабосолонцюватий середньо-осуглинковий	37-015-2014	12
Чорнозем на щільних глинах середньосуглинковий	37-017-2014	12
Буроземно-підзолистий важкосуглинковий	37-020-2014	12
Темно-сірий опідзолений середньосуглинковий	37-018-2014	12
Темно-каштановий солонцюватий важкосуглинковий	37-021-2014	12
Чорнозем звичайний міцелярно-карбонатний важкосуглинковий	37-019-2014	12

На даний час в Україні ДУ «Держгрунтохорона» та її філіями виготовлено 15 галузевих стандартних зразків ґрунту атестованих на рухомі сполуки марганцю, цинку, кадмію, але їхнє використання обмежується значеннями похибок атестованих метрологічних характеристик, що, згідно з технічною документацією, перевищують 20 %[2]. Використання закордонних СЗ, атестованих на вміст мікроелементів-металів у наукових дослідженнях в Україні та у повсякденній практиці вимірювальних лабораторій ускладнюється необхідністю проходження процедури визнання таких СЗ як національних та надзвичайно високою ринковою вартістю.

Значення і роль стандартних зразків особливо посилюються з введенням в дію ДСТУ ISO 5725 - 2002 «Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювань». З введенням в дію зазначеного ГОСТу вносяться істотні зміни в зміст робіт з розробки нових методик виконання вимірювань (МВВ) складу і властивостей речовин і матеріалів. Випуск з виробництва та визначення метрологічних характеристик СЗ здійснює відповідно до національних і міждержавних стандартів в області СЗ, в тому числі гармонізованих з міжнародними документами[3-6].

Таким чином, завдання, які стоять перед розробниками СЗ, це створення нових типів СЗ (розширення номенклатури СЗ) ґрунту, збільшення числа атестованих компонентів в кожному СЗ, підвищення точності і надійності метрологічних характеристик.

Розробка стандартних зразків тривалий, трудомісткий і дорогий процес, що включає в себе:

- розробку технічного завдання на СЗ, що включає проект програми або методики атестації;
- проведення досліджень і експериментальних робіт з виготовлення СЗ;
- встановлення метрологічних характеристик СЗ відповідно до програми і методикою атестації; метрологічна атестація СЗ заснована на використанні результатів вимірювань, виконаних незалежно в декількох лабораторіях із застосуванням одного або кількох методів;
- розробку технічної і нормативної документації на СЗ, оформлення звіту про розробку СЗ;
- перевірку технічної документації на СЗ і метрологічну експертизу документації на СЗ;
- затвердження СЗ і його реєстрацію[7].

Стандартні зразки, які використовуються в міжлабораторному експерименті[8], повинні задовольняти таким вимогам:

- стандартний зразок повинен бути гомогенним;
- стандартний зразок повинен мати відомі характеристики, що відповідають рівню вимірюваної характеристики, на якому передбачається застосувати стандартний метод вимірювань, наприклад рівнем концентрації;
- стандартний зразок повинен мати матрицю, як можна більш близьку до матриці матеріалу, випробуваного стандартним методом вимірювань;
- кількість стандартного зразка має бути достатнім для виконання повної програми експерименту;
- стандартний зразок повинен мати стабільні характеристики протягом усього експерименту.

Як показує практика розробки СЗ природних речовин, отримати необхідну для атестації кількість незалежних результатів для цілого ряду елементів - дуже складне завдання. Це пов'язано з тим, що маючи значне число незалежних середніх результатів, через велику розбіжності між ними не вдається встановити їх вміст з похибками, що задовольняють метрологічним вимогам.

Створення нових типів СЗ ускладнюється високою вартістю як польового відбору матеріалу для них, так і власне лабораторних і міжлабораторних досліджень. Тому доцільно поряд з дослідженням стабільності провести додатковий міжлабораторний експеримент з метою збільшення у них кількості атестованих компонентів. Такий підхід має особливе значення для СЗ, що користуються популярністю у аналітиків (так як матриці СЗ відповідають широко поширеним і часто аналізованим природним речовинам) і представлених досить великим запасом матеріалу.

Висновки. В Україні відсутні стандартні зразки складу ґрунту, атестовані на вміст мікроелементів-металів, як засоби забезпечення простежуваності результатів їх вимірювання. Їх виготовлення та застосування у повсякденній практиці вимірювальних лабораторій є єдиним способом контролювання якості виконання вимірювань.

Список використаних джерел

1. ГСТУ 46.005-99 Галузеві стандартні зразки складу та властивостей речовин та матеріалів. Порядок розроблення, метрологічна атестація і впровадження. – Чинний від 2000-02-01. – К: Мінагрополітики України, 1999. – 23 с.
2. Балюк С.А. Проблеми створення та застосування стандартних зразків ґрунту / С.А.Балюк, Я.В.Бородіна, М.Є.Лазебна, Л.В.Ткаченко // Вісник аграрної науки. – 2010. –№ 2.
3. ДСТУ-Н ISO Guide 35:2006 Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи (ISO Guide 35:1989, IDT). – Чинний в Україні з 2010-10-01. – К.: Держспоживстандарт України, 2010.
4. ISO Guide 33:2015 Стандартные образцы – Надлежащая практика применения стандартных образцов, Reference materials – Good practice in using reference materials // ISO [сайт] . URL: http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=46212
5. ISO 17034: Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов
6. ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/IEC 17025:2005, IDT). – Чинний в Україні з 2007-07-01. – К.: Держспоживстандарт України, 2007. – 32 с.
7. ГСТУ 46.005-99 Галузеві стандартні зразки складу та властивостей речовин та матеріалів. Порядок розроблення, метрологічна атестація і впровадження. – Чинний від 2000-02-01. – К: Мінагрополітики України, 1999. – 23 с.
8. ДСТУ ГОСТ 8.532-2003 Метрологія. Стандартні зразки складу речовин і матеріалів. Міжлабораторна метрологічна атестація. Зміст і порядок проведення робіт (ГОСТ 8.532-2002, IDT). – Чинний в Україні з 2003-07-01. – К.: Держспоживстандарт України, 2003. – 14 с.

References

1. GOST 46.005-99 Sectoral standard samples of the composition and properties of substances and materials. Procedure of development, metrological certification and implementation. – Effective from 02-02-2002. – K: Ministry of Agrarian Policy of Ukraine, 1999. – 23 p.
2. Balyuk S.A. Problems of creation and application of standard soil samples / S.A.Balyuk, Y.V.Borodina, M.E.Lazebna, L.V.Tkachenko // Bulletin of agrarian science. - 2010, No. 2
3. DSTU-N ISO Guide 35: 2006 Certificate of standard specimens. General and statistical principles (ISO Guide 35: 1989, IDT). – Existing in Ukraine from 10.10.2010. – K .: Derzhspozhyvstandart of Ukraine, 2010.
4. ISO Guide 33: 2015 Standard specimens - Good practice in applying standard samples of samples, Reference materials - Good practice in using reference materials // ISO [site]. URL: http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?Csnumber=46212
5. ISO 17034: General requirements for the competence of manufacturers of standard samples
6. DSTU ISO / IEC 17025: 2006 General requirements for the competence of test and calibration laboratories (ISO / IEC 17025: 2005, IDT). – Existing in Ukraine from 2007-07-01. – K .: Derzhspozhyvstandart of Ukraine, 2007. - 32 p.
7. GOST 46.005-99 Sectoral standard samples of the composition and properties of substances and materials. Procedure of development, metrological certification and implementation. – Effective from 02-02-2002. – K: Ministry of Agrarian Policy of Ukraine, 1999. – 23 p.
8. DSTU GOST 8.532-2003 Metrology. Standard samples of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Contents and procedure of works (GOST 8.532-2002, IDT). – Existing in Ukraine from 2003-07-01. – K .: Derzhspozhyvstandart of Ukraine, 2003. - 14 p.

ПРОБЛЕМЫ ИЗГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПОЧВЫ

Семенцова К. О.

Національний науковий центр «Інститут ґрунтознавства та агрохімії імені О.Н. Соколовського»

Ключевые слова: стандартный образец, процедура метрологической аттестации

В настоящее время в Украине есть большая потребность в стандартных образцах состава почвы, аттестованных на содержание микроэлементов-металлов. Изготовление и применение таких образцов в повседневной практике измерительных лабораторий является единственным способом контроля качества выполнения измерений в условиях вынужденного использования не только морально устаревших, но и часто практически полностью изношенных приборов и оборудования.

Цель работы - исследовать прикладные аспекты и обосновать все шаги процедуры изготовления стандартных образцов почв.

В странах Евросоюза и США СО состава веществ и материалов изготавливают из природных материалов, аналогичных потенциальным объектам испытаний, выполняя их метрологическую аттестацию по показателям качества и токсикологическим показателям. Существует также проблема более точного определения содержания микроэлементов-металлов, концентрация которых соответствует фоновому уровню.

В некоторых случаях стандартный образец почвы, аттестован на содержание микроэлементов-металлов может быть искусственно созданный методом добавок по ГОСТ Р 8.694 (ISO Guide 35) Особенности применения метода введения добавок заключается в необходимости достижения достаточной однородности и стабильности почвенного материала.

При изготовлении СО аттестованного на содержание микроэлементов-металлов почвенный материал должен пройти определенные этапы подготовки: сушка, измельчение, просеивание, процесс гомогенизации, определение показателей однородности, расфасовки и определения стабильности.

PROBLEMS PRODUCTION OF STANDARD SAMPLES OF SOIL

Sementsova K. O.

National Scientific Centre "Institute for Soil Science and Agriculture Researches n.a. O.N. Sokolovsky"

Key words: reference material, procedure metrological certification

Currently in Ukraine there is a great need for standard samples of composition of the soil, certified on the content of trace elements-metals. The manufacture and use of such samples in the daily practice of measuring laboratories is the only way of controlling the quality of measurements in conditions of forced use not only outdated, but often almost completely worn-out instruments and equipment.

Purpose – to explore applied aspects and justify all the steps in the procedure of manufacturing of standard samples of soil, certified on the content of trace elements-metals.

In the EU and USA WITH the composition of substances and materials made from natural materials, similar to the potential objects of tests, doing their metrological certification in terms of quality and toxicologie indicators. There is also the problem of more accurate determination of trace elements-metals, the concentration of which corresponds to the background level.

In some cases, a standard sample of soil, certified on the content of trace elements-metals can be artificially created by the method of additives on DSTU-N ISO Guide 35. The application features a method of introducing additives is the need to achieve sufficient homogeneity and stability of the soil material.

During the manufacture of NW certified on the content of trace elements-metals soil material has to go through certain stages of preparation: drying, grinding, sieving, homogenization process, the identification of indicators of homogeneity, packaging and determination of stability.