

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ, ИСПЫТАНИЯ В ЦЕЛЯХ УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПА И СЕРТИФИКАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Степановских В. В.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: v.stepanovskikh@icrm-ekb.ru

Исходя из определений терминов (понятий) по характеристике СО и испытаниям СО в целях утверждения типа, они имеют одну цель:

- Характеризация (стандартного образца): **Определение значений свойств или признаков стандартного образца** – часть производственного процесса (ГОСТ ISO Guide 30-2019).
- Характеризация (для СО): **Процедура определения значений свойств СО** как часть процесса сертификации (аттестации) (ГОСТ ISO Guide 35-2015).

Характеризация является одним из этапов производства СО, поэтому её проводит разработчик (производитель) СО.

- Испытания стандартных образцов... в целях утверждения типа (далее по тексту Испытания СО) – **работы по определению метрологических и технических характеристик** однотипных СО. Решение об утверждении типа стандартных образцов принимается Росстандартом на основании положительных результатов испытаний стандартных образцов (Федеральный закон от 26.06.2008 N 102-ФЗ).

Практика производства СО, в случае характеристики (испытаний) матричных СО, например, материалов металлургического производства, показывает, что определение аттестуемых характеристик проводят разными способами (см. ISO GUIDE 35:2017), например, либо по результатам межлабораторного эксперимента (МЛЭ), либо – **прямых измерений(?)** на эталоне (испытания СО).

Способ применения МЛЭ является для указанных типов СО предпочтительным, поскольку использует ряд наборов данных, полученных с применением различных методик измерений и/или в различных лабораториях чтобы:

- продемонстрировать отсутствие существенного смещения в методиках измерений, показав, что независимые методики дают одни и те же результаты;
- продемонстрировать отсутствие значительного лабораторного смещения для каждой лаборатории путем согласования результатов;
- повысить надежность приписанного значения путем усреднения результатов, тем самым уменьшая влияние повторяемости и рандомизации и уменьшая эффект межлабораторной или межметодической вариации.

Испытания СО по результатам прямых измерений на государственном первичном эталоне вызывают ряд вопросов.

В соответствии с ФЗ-102 «измерения, относящиеся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, должны выполняться по первичным референтным методикам (методам) измерений, референтным методикам (методам) измерений и другим аттестованным методикам (методам) измерений, **за исключением методик (методов) измерений, предназначенных для выполнения прямых измерений** с применением средств измерений утвержденного типа, прошедших поверку» То есть методики для прямых измерений аттестации не подлежат!

Методики (методы) измерений, предназначенные для выполнения **прямых измерений**, **вносятся в эксплуатационную документацию на средства измерений**. Подтверждение соответствия этих методик (методов) измерений обязательным метрологическим требованиям к измерениям осуществляется в процессе утверждения типов данных средств измерений.

Исходя из перечня средств измерений, включенных в эталон ГЭТ 196, спектральный метод с применением индуктивно связанной плазмы (ИСП) должен включать несколько этапов, в зависимости от анализируемых материалов. Например, ГОСТ Р 55079-2012 «Сталь. Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой» включает следующую схему анализа:

- Установление градуировочных характеристик (для каждого анализируемого элемента).

Одновременно с установлением градуировочных характеристик проводят количественный учет взаимных спектральных влияний на выбранные аналитические линии определяемых элементов. Поправочные коэффициенты, учитывающие спектральные наложения, вводят в память компьютера и используют при вычислении результата анализа.

- Растворение навески анализируемой пробы:

Навеску пробы массой 0,1000 г помещают в стеклянный стакан вместимостью 150-200 см³, приливают 20 см³ раствора HCl 1:1, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Осторожно приливают 1 см³ и упаривают полученный раствор до объема 10 см³. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана и часовое стекло дистиллированной водой. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если при растворении пробы остается нерастворимый осадок, то раствор пробы фильтруют в мерные колбы вместимостью 200 см³ через фильтр «белая лента», промывают осадок на фильтре вначале небольшими порциями горячего раствора HCl 2:100 до исчезновения желтой окраски фильтра, а затем горячей водой. Помещают фильтры в платиновые тигли. Высушивают, озоняют при температуре ~800°C. Полученный остаток сплавляют при 1000°C с 1-1,5 г смеси 2:1. Плав выщелачивают при умеренном нагревании раствором HCl 1:9. Полученный раствор присоединяют к основному фильтрату, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

- Растворение навески СО (для контроля правильности).
- Приготовление раствора контрольного опыта («холостой раствор») для учета загрязнения реактивов определяемыми элементами.
- Контроль стабильности градуировочных характеристик (осуществляют перед началом проведения анализа по процедуре, предусмотренной математическим обеспечением прибора, и повторяют (при необходимости) через каждые 30-40 мин. в процессе проведения анализа).
- И т.д.

В России действует более 700 национальных и межгосударственных стандартов на методики анализа различных материалов методами ИСП АЭС и ИСП МС. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ-196 не имеет ограничений ни по материалам, ни по элементам в диапазоне от (10⁻¹⁰ – 99,99) %. Представляется целесообразным внести уточнения в ГЭТ-196 и др. «универсальные» государственные эталоны в части перечня анализируемых материалов и определяемых химических элементов, а также обеспечить аттестованными методиками измерений. Отсутствие аттестованных методик измерений приводит к получению результатов испытаний СО с повышенной погрешностью (например, испытания в целях утверждения типа ГСО 11743-2021 и ГСО 11744-2021).

Во введении ГОСТ 8.315-2019 подчеркивается, что стандартные образцы категорий ГСО, МСО, СО КОOMET по своему метрологическому статусу являются сертифицированными стандартными образцами. Ознакомление с отдельными СО утвержденного типа в ФИФ «Аршин» позволяет в отдельных случаях усомниться в правильности вышеуказанного утверждения.