



М И Р Х И М И Р И

Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях

под редакцией В.Б. Барановской,
И.В. Болдырева

ТЕХНОСФЕРА
Москва
2022

*Выражаем благодарность Ассоциации аналитических центров
«Аналитика» за предоставленные материалы*

УДК 543.08
ББК 24.4
М54

М54 Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях.
/ под ред. В.Б. Барановской, И.В. Болдырева
М.: ТЕХНОСФЕРА, 2022. – 106 с. ISBN 978-5-94836-645-6

Это издание включает в себя перевод совместного руководства двух авторитетных международных организаций по метрологии в аналитической химии – Еврахим (Eurachem) и СИТАК (СІТАС), посвященного установлению метрологической прослеживаемости в химических измерениях. Первая официальная версия этого документа была опубликована в 2003 г. Это второе издание руководства от 2019 года с исправлениями в терминологии, внесенных в третье издание Международного словаря по метрологии (VIM). В дополнение к этому руководству публикуются три документа, относящиеся к деятельности Международного сообщества по аккредитации аналитических лабораторий ИЛАК (ILAC), и «Политика Органа по аккредитации «Аналитика» по обеспечению метрологической прослеживаемости».

Цель этого сборника предоставить рекомендации по обеспечению требований к метрологической прослеживаемости результатов химического анализа. В этом издании приводится описание согласованного набора принципов, которые могут использовать лаборатории для установления прослеживаемости результатов своих измерений, при этом особое внимание уделяется применению подходящих основ для сравнения химических величин.

УДК 543.08
ББК 24.4

С официального разрешения Eurachem
© Eurachem/СІТАС, 2019
© Барановская В.Б., Болдырев И.В., 2022
© АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», оригинал-макет, оформление, 2022

ISBN 978-5-94836-645-6
ISBN 978-0-948926-34-1 (англ.)

Содержание

Руководство Еврахим / СИТАК: метрологическая прослеживаемость в химических измерениях (ПЮ)	8
Введение	8
1. Область применения	11
2. Введение	13
3. Принципы метрологической прослеживаемости	16
3.1. Измеряемые величины, методики и результаты	16
3.2. Единицы, эталоны и шкалы измерений	16
3.3. Калибровка	17
3.4. Влияние на результаты измерений	19
3.5. Контроль фиксированных условий	20
3.6. Контроль переменных посредством образцов для калибровки	21
3.7. Произвольный выбор основы для сравнения	24
3.8. Роль разработки методики	24
3.9. Роль валидации методики	25
3.10. Прослеживаемость и неопределенность измерений	26
4. Метрологическая прослеживаемость: международное определение	28
5. Международная система величин и единиц измерений (СИ)	29
6. Установление прослеживаемости	31
6.1. Важные действия по установлению прослеживаемости	31
6.2. Описание измеряемой величины и требуемая неопределенность	31
6.3. Выбор подходящей методики	33
6.4. Валидация	34
6.5. Важность различных влияющих величин	36
6.6. Выбор и применение подходящих эталонов	37
6.7. Оценка неопределенности	38
7. Выбор основы для сравнения	39
7.1. Введение	39
7.2. Физические измерения	39



7.3. Подтверждение идентичности	40
7.4. Калибровка с использованием стандартных образцов	41
7.5. Калибровка с использованием других материалов.	42
7.6. Калибровка с использованием справочных данных.	44
7.7. Образцы сравнения для разработки, валидации и верификации метода.	45
7.8. Оценка прослеживаемости коммерческих образцов сравнения	45
8. Предоставление информации о метрологической прослеживаемости	47
9. Выводы	48
Приложение. Примеры установления прослеживаемости	49
A1. Подготовка образца для калибровки.	50
A2. Выделение кадмия из керамического изделия.	55
Библиография	63
Примечания.	65
Политика ILAC по метрологической прослеживаемости результатов измерений	70
Совместная декларация BIPM, OIML, ILAC и ISO о метрологической прослеживаемости	84
Политика органа по аккредитации ААЦ «Аналитика» по обеспечению метрологической прослеживаемости результатов измерений	93

Eurachem/CITAC Guide: Metrological Traceability in Chemical Measurement

*A guide to achieving comparable
results in chemical measurement*

2nd Edition in English (2019)

Editors

S L R Ellison (LGC, UK)
A Williams (UK)

Composition of the Working Group*

S Ellison <i>Chair</i>	LGC, Teddington, UK
B Magnusson <i>Secretary</i>	Trollboken AB, Sweden
R Bettencourt da Silva	Univ. Lisboa, Portugal
W Bremser	BAM, Germany
A Brzyski	Eurachem Poland
E Christie	Eurachem Ireland
R Kaarls	Netherlands
R Kaus	EuroLab DE, Germany
I Kuselman	CITAC
I Leito	Univ Tartu, Estonia
O Levbarg	Ukrmetteststandart, Ukraine
R Macarthur	FERA, UK
P Pablo Morillas	EUROLAB-España, Spain
F Pennecchi	CITAC
T Naykki	SYKE, Finland
P Yolcu Omeroglu	Eurachem TR, Turkey
O Pellegrino	IPO/DMET, Portugal
M Rösslein	EMPA St. Gallen, Switzerland
P Robouch	JRC, EU
E Sahlén	RISE, Sweden
A Van der Veen	NMI, Netherlands
M Walsh	Eurachem Ireland
W Wegscheider	Montan Universität Leoben, Austria
A Williams	UK
R Wood	RSC, UK

*At time of document approval

Acknowledgements

This edition has been produced primarily by a joint Eurachem/CITAC Working Group with the composition shown (right). The editors are grateful to all these individuals and organisations and to others who have contributed comments, advice and assistance.

Production of this Guide was in part supported under contract with the UK Department for Business, Energy & Industrial Strategy as part of the Chemical and Biological Metrology Programme.

Citation

This publication should be cited as follows*:

S L R Ellison and A Williams (Eds) Eurachem/CITAC Guide: Metrological Traceability in Analytical measurement (2nd ed. 2019). ISBN: 978-0-948926-34-1. Available from www.eurachem.org.

*Subject to journal requirements

Руководство Еврахим / СИТАК

**Метрологическая прослеживаемость
в химических измерениях**

*Руководство по достижению сопоставимых результатов
химических измерений*

2-е издание на английском языке

Редакторы

С. Л. Р. Эллисон (*S. L. R. Ellison*) – Правительственная химическая лаборатория (LGC), Великобритания (*LGC, UK*).

А. Виллиамс (*A. Williams*) – Великобритания (*UK*).

Состав рабочей группы*

С. Эллисон (*S. Ellison*) – председатель (*chair*), LGC, Теддингтон, Великобритания (*LGC, Teddington, UK*).

Б. Магнуссон (*B. Magnusson*) – секретарь (*secretary*), Trollboken AB, Швеция (*Trollboken AB, Sweden*).

Р. Беттенкур да Сильва (*R. Bettencourt da Silva*) – Лиссабонский университет, Португалия (*Univ. Lisboa, Portugal*).

В. Бремсер (*W. Bremser*) – BAM, Германия (*BAM, Germany*).

А. Бржиский (*A. Brzyski*) – «Еврахим-Польша» (*Eurachem Poland*).

Е. Кристи (*E. Christie*) – «Еврахим-Ирландия» (*Eurachem Ireland*).

Р. Каарлс (*R. Kaarls*) – Нидерланды (*Netherlands*).

Р. Каус (*R. Kaus*) – «Евралаб DE», Германия (*EuroLab DE, Germany*).

И. Кусельман (*I. Kuselman*) – «СИТАК» (*CITAC*).

И. Лейто (*I. Leito*) – Тартуский университет, Эстония (*Univ. Tartu, Estonia*).

О. Левбарг (*O. Levbarg*) – «Укрметртестстандарт», Украина («*Ukrmetrteststandart*», *Ukraine*).

Р. Макартур (*R. Macarthur*) – FERA, Великобритания (*FERA, UK*).

П. Пабло Моррилас (*P. Pablo Morillas*) – «ЕВРОЛАБ-Испания», Испания (*EUROLAB-España, Spain*).

Ф. Пенеччи (*F. Pennechi*) – «СИТАК» (*CITAC*).

Т. Найкки (*T. Naykki*) – SYKE, Финляндия (*SYKE, Finland*).

Р. Йолчу Омероглу (*P. Yolcu Omeroglu*) – «Еврахим-Турция», Турция (*Eurachem TR, Turkey*).

О. Пеллегрини (*O. Pellegrino*) – IPQ/DMET, Португалия (*IPQ/DMET, Portugal*).

М. Росслейн (*M. Rosslein*) – EMPA St. Gallen, Швейцария (*EMPA St. Gallen, Switzerland*).

П. Робоч (*P. Robouch*) – JRC, ЕС (*JRC, EU*).

Е. Сахлин (*E. Sahlin*) – RISE, Швеция (*RISE, Sweden*).

А. Ван дер Вин (*A. Van der Veen*) – NMi, Нидерланды (*NMi, Netherlands*).

М. Уолш (*M. Walsh*) – «Еврахим-Ирландия» (*Eurachem Ireland*).

В. Вегшайдер (*W. Wegscheider*) – Университет Леобена в Австрии (*Montan Universitat Leoben, Austria*).

А. Вильямс (*A. Williams*) – Великобритания (*UK*).

Р. Вуд (*R. Wood*) – RSC, Великобритания (*RSC, UK*).

* На момент утверждения документа.

Цитирование

Эта публикация должна цитироваться следующим образом*:

С. Л. Р. Эллисон и А. Вильямс (ред.). Руководство Еврахим / СИТАК: Метрологическая прослеживаемость в аналитических измерениях (2-е издание, 2019). ISBN: 978-0-948926-34-1. Доступна на сайте www.eurachem.org.

*С учетом предъявляемых журналам требований.

Благодарности

Это издание в основном было подготовлено объединенной рабочей группой Еврахим/СИТАК, состав которой приведен ниже. Редакторы выражают благодарность всем членам рабочей группы, организациям и всем тем, кто внес свой вклад замечаниями, советами и поддержкой.

Подготовка руководства была частично поддержана контрактом с Департаментом по бизнесу, энергетике и промышленной стратегии Великобритании как часть химической и биологической программы по метрологии.

Руководство Еврахим / СИТАК: метрологическая прослеживаемость в химических измерениях (ПО)

Введение

Измерения лежат в основе широкого круга социально-экономических процессов, как отечественных, так и международных. Ежедневно тысячи химических измерений обосновывают решения по безопасности пищевой продукции, защите здоровья и окружающей среды. Мировой рынок также нуждается в точных и надежных измерениях, для того чтобы технические препятствия торговле можно было свести к минимуму. Во всех этих направлениях концепция «испытано единожды, принято везде» приобретает все большее значение, и потребность в надежных результатах измерений, которые можно было бы сравнивать в пространстве и времени, еще никогда не была такой ощутимой. Надежность измерения в значительной степени зависит от компетентности персонала, валидированных и проверенных методик, эффективных систем качества и от прослеживаемости к соответствующим эталонам измерений. Появление этих требований связано с ростом внедрения стандартов и систем качества измерений, таких как аккредитация лабораторий в соответствии со стандартом ISO/IEC 17025:2017 [1], или условий надлежущей лабораторной практики (GLP) и надлежущей текущей производственной практики (cGMP).

Для достижения сопоставимости результатов в пространстве и времени важно привести все результаты отдельных измерений к единой стабильной основе для сравнения (П) или эталону. Результаты можно сравнивать по их отношению к этой основе. Стратегия привязывания результатов к основе для сравнения носит название «метрологическая прослеживаемость».

Международный словарь по метрологии (VIM) [2] определяет метрологическую прослеживаемость следующим образом:

«свойство результата измерения, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерения».

Это определение предполагает необходимость усилий, которые нужно приложить на национальном и международном уровне,

чтобы иметь широко признанные исходные эталоны (П2), а на уровне отдельной лаборатории — чтобы показать связь с этими эталонами. Демонстрация соответствующей метрологической прослеживаемости является требованием стандарта ISO/IEC 17025:2017 [1].

На международном уровне сопоставимость национальных систем измерений непрерывно улучшается путем сличения эталонов на уровне национальных метрологических институтов (НМИ). Соглашение по многостороннему взаимному признанию было подписано в 1999 г. странами — членами Метрической конвенции в ответ на необходимость открытой, прозрачной и всесторонней схемы, позволяющей предоставить пользователям надежную количественную информацию по сопоставимости национальных метрологических услуг.

Отдельные измерительные и испытательные лаборатории играют свою роль в этом процессе, аккуратно используя подходящие исходные эталоны и другие основы для сравнения в целях калибровки и контроля процессов измерений. Однако с возрастанием объема нормативных требований лаборатории оказываются под серьезным давлением, заставляющим их демонстрировать, что их исходные эталоны (включая сертифицированные стандартные образцы и другие основы для сравнения) в действительности пригодны и достаточны.

Это особенно справедливо в аналитической химии. Многие физические величины, используемые в обычных химических измерениях, поддерживаются расширенными и эффективными калибровками и системами метрологической прослеживаемости, делая подготовку прослеживаемости для этих величин относительно простой. Однако значения используемых химических величин обычно выводят из широкого диапазона стандартных образцов и справочных данных различного происхождения, что требует особого внимания и обоснования при выборе основы для сравнения. Химические измерения обычно требуют подтверждения идентичности, а затем уже измерения количества. Другой проблемой является измерение компонента в сложной матрице, которая может влиять на наблюдаемое измеренное значение. Кроме того, нередко, чтобы получить полезные химические результаты, приходится использовать эмпирические измеряемые величины, например «извлекаемый кадмий» (иногда их называют «метод-зависимые

величины»). При таких обстоятельствах не всегда просто определить требования для прослеживаемости или продемонстрировать, что используемая прослеживаемость является приемлемой.

Цель настоящего документа — предоставить рекомендации по определению требований к прослеживаемости и установлению прослеживаемости измерений и результатов испытаний. В этом документе приводится описание согласованного набора принципов, которые могут использовать лаборатории для установления прослеживаемости результатов своих измерений, и особое внимание уделяется применению подходящих основ для сравнения химических величин.

Первая официальная версия этого документа была опубликована в 2003 г. Правки, внесенные во второе издание руководства, отражают исправленную терминологию из третьего издания Международного словаря по метрологии (VIM) [2]. Подробное описание VIM можно найти в Руководстве Еврахим «Терминология в аналитических измерениях: введение в 3-е издание VIM» [3] (ПЗ).