



М Х И И Р И И И

Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях

2-е дополненное издание

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

Допущено Федеральным учебно-методическим
объединением по укрупненной группе
специальностей и направлений 22.00.00
«Технологии материалов» в качестве
учебного пособия, используемого при подготовке
бакалавров и магистров, обучающихся
по направлениям 22.03.02 и 22.04.02 «Металлургия»

ТЕХНОСФЕРА
Москва
2025

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

УДК 543.08
ББК 24.4
М54

М54 Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях
2-е дополненное издание
под ред. В.Б. Барановской, И.В. Болдырева
М.: ТЕХНОСФЕРА, 2025. – 108 с. ISBN 978-5-94836-727-9

Это издание включает в себя перевод совместного руководства двух авторитетных международных организаций по метрологии в аналитической химии – Еврахим (Eurachem) и СИТАК (CITAC), посвященного установлению метрологической прослеживаемости в химических измерениях, в новой редакции Р.Л. Кадиса, PhD, ВНИИМ, г. Санкт-Петербург.

Первая официальная версия этого документа была опубликована в 2003 г. Во втором издании руководства от 2019 года были учтены изменения в терминологии, внесенные 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. Данный сборник может быть использован в качестве методического пособия для студентов и специалистов, обучающихся по инженерным направлениям подготовки.

УДК 543.08
ББК 24.4

С официального разрешения Eurachem
© Eurachem/CITAC, 2019
© Барановская В.Б., Болдырев И.В., 2025
© АО «РИЦ «ТЕХНОСФЕРА», оригинал-макет, оформление, 2025

ISBN 978-5-94836-727-9
ISBN 978-0-948926-34-1 (англ.)

Содержание

Руководство Еврахим / СИТАК: Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях (П0)	8
Предисловие	8
1. Область применения	11
2. Введение	13
3. Принципы метрологической прослеживаемости	16
3.1. Измеряемые величины, методики и результаты измерений	16
3.2. Единицы и шкалы измерений	16
3.3. Калибровка	18
3.4. Влияние условий на результаты измерений	20
3.5. Контроль фиксированных условий	21
3.6. Контроль переменных с помощью образцов для калибровки	22
3.7. Общая основа для сравнения может быть выбрана произвольно	25
3.8. Роль разработки методики	25
3.9. Роль валидации методики	26
3.10. Прослеживаемость и неопределенность измерений	27
4. Метрологическая прослеживаемость: международное определение.	29
5. Международная система величин и единиц (СИ)	30
6. Установление прослеживаемости	32
6.1. Основные действия при установлении прослеживаемости . . .	32
6.2. Описание измеряемой величины и требуемая неопределенность	32
6.3. Выбор подходящей методики	34
6.4. Валидация	35
6.5. Важность различных влияющих величин	37
6.6. Выбор и применение подходящих эталонов	38
6.7. Оценивание неопределенности.	39
7. Выбор основы для сравнения	40
7.1. Введение	40



7.2. Физические измерения	40
7.3. Подтверждение идентичности	41
7.4. Калибровка с использованием сертифицированных стандартных образцов	42
7.5. Калибровка с использованием других образцов	44
7.6. Калибровка с использованием справочных данных	45
7.7. Стандартные образцы, используемые при разработке, валидации и верификации методики	46
7.8. Оценка прослеживаемости коммерческих стандартных образцов	47
8. Информация о метрологической прослеживаемости	48
9. Заключение	49
Приложение. Примеры установления прослеживаемости	50
A1. Приготовление градуировочного раствора	51
A2. Выделение кадмия из керамической посуды	56
Библиография	64
Примечания	66
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 Chair	LGC, Teddington, UK
B Magnusson Secretary	Trollboken AB, Sweden
R Bettencourt da Silva	Univ. Lisboa, Portugal
W Bremser	BAM, Germany
A Brzyski	Eurachem Poland
E Christie	Eurachem Ireland
R Kaars	Netherlands
R Kaus	EuroLab DE, Germany
I Kuselman	CITAC
I Leito	Univ Tartu, Estonia
O Levbarg	Ukrmetrteststandart, 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	IPQ/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



CITAC

Руководство Еврахим / СИТАК

Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях

*Руководство по достижению сопоставимых результатов
химического анализа*

2-е издание на английском языке

Редакторы

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

А. Уильямс (*A. Williams*) — Великобритания (*UK*).

Состав рабочей группы¹

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*) — «Укрметрестестандарт», Украина (*Ukrmetr-teststandart, Ukraine*).

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

¹ На момент утверждения документа.

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

Ф. Пенеччи (*F. Pennecchi*) – «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*).

Цитирование

Эту публикацию следует цитировать следующим образом²:

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

Благодарности

Это издание было изначально подготовлено объединенной рабочей группой Еврахим/СИТАК, состав которой показан (выше). Редакторы благодарны всем этим лицам и организациям, а также всем, кто внес вклад своими замечаниями, советами и поддержкой.

Подготовка этого руководства частично поддерживалась по контракту с Министерством бизнеса, энергетики и промышленной стратегии Великобритании как часть Программы химической и биологической метрологии.

Перевод с английского Р. Л. Кадиса, Ph.D.

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург.

² В соответствии с журнальными требованиями.

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

Предисловие

Измерения лежат в основе множества направлений социально-экономической деятельности, как внутренней, так и международной. Ежедневно тысячи химических измерений служат основой для принятия решений в области безопасности пищевых продуктов, охраны здоровья и защиты окружающей среды. Мировой рынок также нуждается в точных и надежных измерениях для устранения технических барьеров в торговле. Во всех этих областях принцип «раз испытано — принято повсюду» приобретает все большее значение, и потребность в надежных результатах измерений, которые были бы сопоставимы «в пространстве и времени», велика как никогда. Надежность измерений в большой степени зависит от компетентности персонала, наличия методик, которые проверены и прошли валидацию, наличия всесторонних систем качества и, наконец, прослеживаемости измерений к подходящей основе для сравнения³. Признание этих требований подчеркивается все более широким принятием стандартов и систем обеспечения качества, таких как аккредитация лабораторий по ИСО 17025:2017 или требования «хорошей лабораторной практики» (GLP) и «хорошей производственной практики» (GMP) в фармацевтической промышленности.

Для достижения сопоставимости результатов в пространстве и времени важно «привязать» все результаты измерений к некоей стабильной основе для сравнения или эталону. Тогда результаты можно сравнивать друг с другом благодаря их связи с этой

³Термин «reference», являющийся центральным в вопросах метрологической прослеживаемости, не имеет однозначного русского эквивалента, и его перевод вызывает затруднения. Там, где это уместно, мы использовали словосочетание «основа для сравнения», которое было принято для «reference» при переводе на русский язык Международного словаря по метрологии (VIM 3) [2]. Однако, в других случаях, в зависимости от контекста, более уместным оказывается «эталон (единицы величины)» как частный случай основы для сравнения. (См., например, заголовок раздела Выбор и применение соответствующих эталонов (Choosing and applying appropriate references) в Примерах A1 и A2.) (Прим. перев.)

общей основой. Эта стратегия связи результатов с общей основой для сравнения и называется «метрологической прослеживаемостью».

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 измерений».

Это определение подразумевает необходимость усилий, которые нужно предпринять на национальном и международном уровне, чтобы иметь широко признанные эталоны, а на уровне отдельной лаборатории, — чтобы показать необходимую связь с этими эталонами. Демонстрация надлежащей метрологической прослеживаемости является требованием стандарта ISO/IEC 17025:2017 [1].

На международном уровне сопоставимость национальных измерительных систем непрерывно улучшается путем взаимного сличения эталонов, принадлежащих национальным метрологическим институтам (NMI). Учитывая потребность в открытом, прозрачном и полном источнике данных, который давал бы пользователям надежную информацию о сопоставимости национальных метрологических служб, в 1999 г. государствами-членами Метрической конвенции было подписано Многостороннее соглашение о взаимном признании.

Измерительные и испытательные лаборатории выполняют свою роль в этом процессе, строго используя подходящие эталоны и другие средства для калибровки и контроля своих измерений. Однако с возрастанием объема нормативных требований лаборатории вынуждены постоянно демонстрировать, что они действительно применяют эти эталоны (включая сертифицированные стандартные образцы⁴ и другие варианты основы для сравнения) правильно и в достаточной мере.

⁴С выходом русского перевода Международного словаря по метрологии [2] для англоязычных терминов «reference material» (RM) и «certified reference material» (CRM) установлены соответствующие русские эквиваленты: «стандартный образец» и «сертифицированный стандартный образец». Эта метрологическая терминология закреплена теперь в межго-

Это особенно актуально в аналитической химии. Измерение многих физических величин, используемых в химическом анализе, опирается на системы обширной и эффективной калибровки и прослеживаемости, что делает относительно простым установление прослеживаемости для этих величин. Однако значения химических величин обычно получают с использованием самых разных стандартных образцов и справочных данных различного происхождения, что требует особого внимания и оценки при выборе основы для сравнения. Химический анализ обычно требует подтверждения идентичности и уже затем измерения. Другой проблемой является определение компонента в сложной матрице, которая может влиять на результат измерения. Кроме того, полезные химические данные нередко получают из измерений эмпирических величин, таких как «экстрагируемый кадмий». (Их иногда называют операционно определяемыми или «метод-зависимыми» величинами.) При таких обстоятельствах не всегда легко выявить требования по прослеживаемости или показать, что установленная прослеживаемость является адекватной.

Цель настоящего документа состоит в том, чтобы предоставить руководство по выявлению требований и установлению прослеживаемости результатов измерений и испытаний. Документ описывает согласованный набор принципов, которые лаборатория может применять для того, чтобы установить прослеживаемость результатов своих измерений, и уделяет особое внимание использованию подходящей основы для сравнения при измерении химических величин.

Первое издание этого руководства вышло в 2003 г. Это второе издание вносит исправления, которые отражают изменения в терминологии, сделанные в третьем издании Международного словаря по метрологии VIM [2]. Подробное обсуждение пересмотренной терминологии VIM можно найти в руководстве Еврахим «Терминология аналитических измерений: Введение в VIM 3» [3].

сударственных стандартах, относящихся к стандартным образцам: ГОСТ 8.315-2019, ГОСТ ISO Guide 30-2019, ГОСТ ISO Guide 31-2019 и других, а также в основополагающем стандарте ГОСТ ISO/IEC 17025-2019, регламентирующем деятельность лабораторий. Термин «сертифицированный стандартный образец» и термин «аттестованный стандартный образец» являются эквивалентными. (Прим. перев.)

1. Область применения

1.1. Данный документ дает детальное руководство по установлению метрологической прослеживаемости в количественном химическом анализе на основе определения прослеживаемости в Международном словаре основных и общих терминов по метрологии (VIM) [2]. Хотя это руководство предназначено для испытательных и измерительных лабораторий, выполняющих химические измерения, его принципы, как можно ожидать, применимы на всех уровнях — от рутинного анализа до фундаментальных исследований. Документ призван также помочь лабораториям в выполнении требований по прослеживаемости результатов измерений, установленных в ISO/IEC 17025 [1].

1.2. Некоторые важные области, в которых необходимы химические измерения и в которых целесообразно применение данного руководства, таковы:

- контроль качества и обеспечение качества продукции в промышленности;
- измерения и испытания на соответствие нормативным требованиям;
- измерения и испытания, выполняемые по согласованным методикам;
- калибровка эталонов и оборудования;
- измерения, связанные с разработкой и сертификацией стандартных образцов;
- исследования и разработки.

1.3. Хотя это руководство и обсуждает неопределенность измерений и валидацию методик в связи с их ролью в достижении прослеживаемости, подробное рассмотрение этих вопросов здесь не предполагается. За дополнительной информацией читатель отсылается к Библиографии. Подробное обсуждение терминологии можно найти в руководстве Еврахим «Терминология аналитических измерений: Введение в VIM 3» [3], а обсуждение валидации методик — в руководстве Еврахим «Соответствие аналитических методов своему назначению. Руководство для лабораторий по валидации методик и сопутствующим вопросам» [4]. Дополни-