

Метрологическая прослеживаемость аттестованных характеристик матричных стандартных образцов

Степановских В. В., Хузагалеева Р. К., Колпакова Е. К.

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

Аннотация: Утверждение о прослеживаемости аттестованных характеристик является обязательным разделом паспорта сертифицированного стандартного образца (ССО). Рассмотрены подходы к обеспечению и демонстрации метрологической прослеживаемости результатов аналитических измерений при характеристизации ССО матричных материалов. Предложена формулировка утверждения о прослеживаемости для включения в паспорт ССО.

Ключевые слова: сертифицированные стандартные образцы, ССО, матричные ССО, метрологическая прослеживаемость.

В аналитических измерениях, ввиду сложности и многообразия объектов анализа, задача метрологической прослеживаемости еще далека до своего решения и является весьма актуальной, в том числе при производстве сертифицированных стандартных образцов (ССО) [1-4]. Одним из важнейших принципов, на которых базируется количественный химический анализ, считают обеспечение прослеживаемости к эталону [физической величины]. Этот принцип может быть указан в числе основных, при этом основная физическая величина, определяющая количество вещества – «Моль» не имеет своего эталона [5].

В международной системе SI (2019 г.), моль определен как *единица количества вещества*. Один моль содержит точно $6,02214076 \times 10^{23}$ структурных элементов. Это число – фиксированное числовое значение постоянной Авогадро (N_A , число Авогадро). Структурными элементами могут быть атомы, молекулы, ионы, электроны и любые другие частицы или определенные группы частиц [6].

Количество химического элемента или стехиометрического соединения *в молях* может быть вычислено в единицах массы – килограмм, и наоборот, масса любого элемента или стехиометрического соединения может быть выражена в молях, используя данные технического отчета IUPAC [7], в котором приведены наиболее точные, согласованные значения атомных масс элементов и изотопов с указанием неопределенности. Любая лаборатория имеет возможность сделать это. Нет необходимости иметь единый эталон единицы величины «моль».

В паспорте ССО должно быть приведено утверждение о метрологической прослеживаемости [8]. На практике, при проведении количественного химического анализа содержание определяемого элемента выражают в *единицах массовой доли*. Поскольку массовая доля определяемого элемента – это отношение *массы* определяемого элемента *m* к *массе* навески, задача химика-аналитика состоит в том, чтобы выделить и измерить тем или иным методом *массу* определяемого элемента.

Наиболее приемлемыми для характеристизации стандартных образцов (СО) являются методы, основанные на принципах стехиометрии (гравиметрия, титриметрия, кулонометрия и др.). Измерения другими физико-химическими методами (атомно-эмиссионная спектроскопия с ИСП, атомно-абсорбционная спектроскопия, фотометрия и др.) основаны, как правило, на применении градуировочной зависимости измеряемого аналитического сигнала от массы (массовой концентрации) определяемого элемента, построенной непосредственно перед анализом. Результатом этих измерений также является *масса* этого элемента в навеске пробы.

Установление значений массовой доли элементов в ССО матричных материалов проводят как правило методом межлабораторной аттестации с использованием различных методик измерений в различных лабораториях. При этом лаборатории используют

аналитические методы по своему выбору. Межлабораторная и «межметодическая» характеристика базируется на усреднении по различным источникам смещения для достижения снижения неопределенности. При этом повышается надежность приписанного значения ССО [9].

Авторами предложена следующая формулировка утверждения о метрологической прослеживаемости аттестованных характеристик ССО, производимых ЗАО «ИСО»: Аттестованные значения массовой доли компонентов установлены путем межлабораторной аттестации; результаты измерений массовой доли компонентов получены с применением поверенных (калиброванных) средств измерений, методик измерений, основанных на принципах стехиометрии либо градуировках (калибровках) с применением чистых металлов и/или стехиометрических соединений, и/или сертифицированных стандартных образцов, в том числе стандартных образцов утвержденного типа; аттестованные значения массовой доли компонентов прослеживаются к единице Международной системы единиц (SI) килограмм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Koeber R., Linsinger T.P.J., Emons H. An approach for more precise statements of metrological traceability on reference material certificates // Accreditation and quality assurance. 2010. Vol. 15. no. 4. P. 255–262. <https://doi.org/10.1007/s00769-010-0644-2>
2. ISO/TR 16476:2016 Reference materials — Establishing and expressing metrological traceability of quantity values assigned to reference materials.
3. Sargent M.. The provision and use of traceability statements for reference materials // Accreditation and quality assurance. 2020. Vol. 25. P. 367–372 <https://doi.org/10.1007/s00769-020-01450-8>
4. Метрологическая прослеживаемость в химических измерениях: под ред. В.Б. Барановской, И.В. Болдырева. М.: Техносфера, 2022. 106 с.
5. Карпов Ю.А. Филиппов М.Н., Барановская В.Б. Решенные и нерешенные проблемы метрологии химического анализа // Журнал аналитической химии. 2019. Т. 74, № 9.
6. Международная система единиц (SI): издание 9-е. 2019 г. <https://www.vniim.ru/files/SI-2019.pdf>
7. Standard atomic weights of the elements 2021 (IUPAC Technical Report) / T. Prohaska [et al.] // Pure and Applied Chemistry. 2022. Vol. 94. no. 5. P. 573–600. <https://doi.org/10.1515/pac-2019-0603>
8. ГОСТ ISO Guide 30-2019 Стандартные образцы. Некоторые термины и определения. М.: Стандартиформ, 2019. С. 15.
9. ISO Guide 35:2017 Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability // ISO [website]. URL: <https://www.iso.org/ru/standard/60281.html>