



Прослеживаемость аттестованных значений стандартных образцов

Е.А. Анчутина, e-mail: e.anchutina@ezocm.ru

Е.А. АНЧУТИНА, e-mail: e.anchutina@ezocm.ru

ISO 17034:2016 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов

7.9 Метрологическая прослеживаемость аттестованных значений

7.9.1 При производстве сертифицированных СО метрологическая прослеживаемость аттестованных значений должна быть установлена согласно соответствующим требованиям **ISO/IEC 17025**. ПСО должен представлять **документальное доказательство метрологической прослеживаемости аттестованных значений к основе для сравнения**.

ISO/IEC 17025:2017 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

6.5 Метрологическая прослеживаемость

6.5.1 Лаборатория должна установить и поддерживать метрологическую прослеживаемость результатов своих измерений, связывая их с соответствующей **основой для сравнения** посредством документированной непрерывной цепи калибровок, каждая из которых вносит свой вклад в неопределенность измерений.

Примечание 1 — В ISO/IEC Guide 99 метрологическая прослеживаемость определяется как «свойство результата измерения, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с **основой для сравнения** посредством документированной непрерывной цепи калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерений».

ISO 17034:2016 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов

7.6 Методики измерений В части калибровки и испытаний ПСО должен обеспечить выполнение соответствующих требований ISO/IEC 17025.

ISO/IEC 17025:2017 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

6.5.2 Лаборатория должна обеспечить прослеживаемость результатов измерений к

Международной системе единиц (СИ) **посредством:**

- a) калибровки, предоставляемой компетентной лабораторией; или
- b) **аттестованных значений сертифицированных стандартных образцов** компетентного производителя с указанной метрологической прослеживаемостью к СИ; или
- c) непосредственной реализации единиц СИ, подтвержденной сличениями, прямыми или косвенными, с национальными или международными эталонами.

6.5.3 Если установление метрологической прослеживаемости к единицам СИ с технической точки зрения не представляется возможным, лаборатория должна продемонстрировать метрологическую прослеживаемость к соответствующей основе для сравнения, например к:

- a) **аттестованным значениям сертифицированных стандартных образцов**, предоставленных компетентным изготовителем;
- b) результатам, полученным с применением референтных методик измерений, установленных методов или согласованных стандартов (эталонов), если они четко описаны и признаны в качестве обеспечивающих результаты измерений, которые отвечают своему предполагаемому назначению и подтверждаются соответствующими сличениями.

ISO GUIDE 35:2017 Стандартные образцы . Руководство по характеристике и оценке однородности и стабильности

9.2.2 Метрологические основы для сравнения

Прослеживаемость результатов измерений обычно обеспечивается путём соответствующего точного определения всех входных величин по соответствующим эталонам и/или сертифицированным стандартным образцам. Значения величин могут прослеживаться к

- общепризнанной системе единиц (например, к СИ);
- эталонам, включая ССО.

9.2.3 ...Независимо от того, определяется ли измеряемая величина операционно, установление прослеживаемости требует одного и того же действия; любая величина, которая оказывает существенное влияние на результат измерений, должна подвергаться точному определению или находиться под надлежащим контролем, обычно путём использования откалиброванных средств измерений

ISO 17034:2016 Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов

7.12.3 ...характеризация может включать, не ограничиваясь, следующие подходы:

- a) применение референтной методики измерений (в соответствии с определением, данным в ISO/IEC 99) в одной лаборатории *;
- b) характеристика измеряемой величины, определяемой не независимо от метода с использованием двух или более методов с демонстрируемой точностью в одной или нескольких компетентных лабораториях **;
- c) характеристика метод-зависимой (операционно определяемой) измеряемой величины с использованием сети компетентных лабораторий;
- d) передача значения от СО к разрабатываемому СО близкого состава, выполняемая с использованием одной методики измерений в одной лаборатории;
- e) характеристика, основанная на массе или объёме компонентов, используемых при изготовлении СО ***.

* соответствует аттестованной методике измерений по ISO Guide 35:2017 9.3.1 «Требования к методике измерений»

** межлабораторный эксперимент.

*** расчетно-экспериментальный способ по процедуре приготовления .

Пример: Применение аттестованной методики измерений

Прослеживаемость: Прослеживаемость аттестованных значений СО реализуется к чистым металлам – платине (СО состава платины (ОЦМ Пл99.99) СОП 0308-2017) и палладию (СО состава палладия (ОЦМ Пд999) СОП 0325-2017), использованным для приготовления образцов для градуировки спектрометра.

ISO GUIDE 35:2017 9.6 Чистота

9.6.1 Общие положения

Чистые вещества представляют собой первичный эталон и главный источник метрологической прослеживаемости более высокого порядка для большинства цепей прослеживаемости в химии, термометрии и калориметрии в целом и для сертификации растворов стандартных образцов состава и матричных стандартных образцов в частности.

Прослеживаемость: Аттестованное значение массовой доли кислорода прослеживается к стандартным образцам состава стали легированной типа ШХ15 (7-6) ГСО 9110-2008, стали легированной типа 40Х13 (7-7) ГСО 9454-2009, стали (набор С-85 СО ЛЕКО) ГСО 11009-2017, стали углеродистой типа СтЗпс (7-8) ГСО 9724-2010, стали (набор С-85 СО ЛЕКО) ГСО 11010-2017, использованных для градуировки анализатора LECO O736-МС.

Аттестация по результатам, полученным в межлабораторном эксперименте

Пример

СО состава золота аффинированного Зл4аК3 ГСО 11763-2021

Прослеживаемость аттестованных значений стандартного образца к единице массовой доли реализуется посредством применения при измерениях в рамках межлабораторного эксперимента поверенных и калиброванных средств измерений, стандартных образцов утвержденных типов компетентными, в том числе аккредитованными на соответствие ГОСТ ISO/IEC 17025, испытательными лабораториями. При расчете аттестованных значений стандартного образца использованы результаты, полученные путем измерений на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалов на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019.

Пример

СО состава золота аффинированного Зл4аК3 СОП 0362-2021

Прослеживаемость: Аттестованное значение вычислено как средневзвешенное значение результатов измерений массовой доли элемента, полученных с применением стандартизованных (ГОСТ 27973-88, ГОСТ Р 53372-2009) или аттестованных методик (методов) анализа, основанных на различных физических и химических принципах, и на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019. Результаты получены на поверенных или калиброванных средствах измерений (СИ). **Для градуировки СИ использовали стандартные образцы утвержденного типа, в том числе ГСО 10814-2016 (ЗлВ2), ГСО 10813-2016 (ЗлВ1), ГСО 10812-2016 (комплект ЗлА), ГСО 10588-2015 (комплект Зл4а), ГСО 10590-2015 (Зл4аК2), ГСО 8723-2005 (комплект Зл-25), ГСО 7287-96 (комплект СО3), калибровочные растворы ионов элементов, в том числе выпущенных производителями MERCK (Германия), Inorganic Ventures и NIST (США).** Согласованность результатов МЛЭ дает основание утверждать об отсутствии значимых влияний систематических смещений результатов, полученных отдельными методиками (методами) анализа, на аттестованное значение.

Аттестация СО по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления

Аттестованное значение СО A , %, вычисляют как:

$$A = \sum_{n=1}^N C_{\text{эл.н}} \times p_n, \quad (1)$$

где $C_{\text{эл.н}}$ – массовая доля аттестуемого элемента в n -ом исходном материале, %;
 p_n – доля n -го исходного материала в общей массе СО.

$$p_n = q_n / Q', \quad (2)$$

где q_n – масса n -го исходного материала, г;
 Q' – масса исходных материалов СО, г.

Пример

Прослеживаемость: Аттестованные значения прослеживаются к единице величины «масса», воспроизводимой Государственным эталоном единицы массы 1 разряда № 3.1.ZZC.0026.2012, использованному для калибровки весов, и к стандартным образцам состава: палладия (комплект Пд1) ГСО 10731-2015 и (комплект Пд-36) ГСО 7615-99; платины (комплект Пл 1) ГСО 9058-2008, (комплект Пл-35) ГСО 7351-97 и (комплект СОПл-21) ГСО 7003-93; родия (комплект СОРд-16) ГСО 7965-2001, использованным для установления градуировочных характеристик при определении примесных элементов в исходных металлах (палладии, платине и родии).

Аттестация СО сравнением с другим СО

Пример

Прослеживаемость: Аттестованное значение прослеживается к аттестованному значению массовой доли кислорода в ГСО 9454-2009, которое установлено по результатам межлабораторного эксперимента.

Аттестация СО с использованием эталона

Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019

Государственный вторичный эталон массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1-2012 (регистрационный номер по Федеральному информационному фонду №2.1.ZZC.0068/2012)

Таблица 1 – Сведения о стандартных образцах

СО	Наименование	№ партии	Срок годности
ГСО 8429-2003	СО состава раствора ионов золота	20	02.2022
ГСО 8431-2003	СО массовой доли платины в растворе	8	12.2021
ГСО 7254-96	СО состава раствора ионов железа	4	04.08.2022
ГСО 7012-93	СО состава раствора ионов свинца	22/2К-1-ЦСО	10.2021
ГСО 7477-98	СО состава раствора ионов висмута	1	05.05.2022
CMS-2*	Multi Analyte Custom Grade Solution, Standard CMS-2 for ICP (Rh, Au, Pt) Inorganic Ventures, U.S.A.	R2-MEB689599	04.02.2024
SRM 3144*	Rhodium (Rh) Standart Solution	170930	31.12.2028

* – В связи с отсутствием возможности поставки СО утвержденного типа РФ, применен СО другого государства в соответствии с ФЗ 102)

Пример. Аттестация СО с использованием эталона

Способ определения метрологических характеристик СО: Метрологические характеристики СО (аттестованные значения и их погрешности и неопределенности) установлены по результатам измерений на Государственном первичном эталоне единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 и на Государственном вторичном эталоне массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196-1-2012 (регистрационный номер по Федеральному информационному фонду №2.1.ZZC.0068/2012).

Прослеживаемость: Аттестованные значения прослеживаются к стандартным образцам состава растворов ионов висмута (III) ГСО 7477-98 и растворов ионов железа (III) ГСО 7254-96 (производства ООО «УЗХП», Россия); растворов ионов золота (ЗлР) ГСО 8429-2003 и состава раствора ионов платины (IV) (ПлР) ГСО 8431-2003 (производства АО «Иргиредмет», Россия); водного раствора ионов свинца (2К-1) (А2.6.ВР-2К-1-ЦСО) ГСО 7012-93 (производства ООО «ЦСОВВ», Россия); многоэлементному раствору состава ионов золота, платины и родия CMS-2 (производства Inorganic Ventures, США); стандартному образцу состава раствора ионов родия SRM3144 (производства NIST, США), использованным для градуировки масс-спектрометра, входящего в состав ГЭТ 176-2019 и ГВЭТ 196-1-2012.

Выводы

В соответствии с требованиями ISO 17034:2016 производитель стандартных образцов должен представлять **документальное доказательство метрологической прослеживаемости аттестованных значений к основе для сравнения.**

Соответственно, в паспорте СО должны быть перечислены **основы для сравнения**, к которым прослеживаются результаты измерений, полученные в процессе характеристики СО.