

## ПРОБЛЕМЫ РАЗРАБОТКИ И АТТЕСТАЦИИ МНОГОПАРАМЕТРИЧЕСКИХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРИРОДНЫХ И ТЕХНОГЕННЫХ СРЕД

Васильева И. Е., Шабанова Е. В.

ФГБУН Институт геохимии им. А. П. Виноградова СО РАН  
г. Иркутск, e-mail: vasira@igc.irk.ru

Проблемы качества, получения надёжных и прослеживаемых результатов химического анализа продолжает оставаться актуальной как в утилитарном, так и в научном плане.

Сертифицированные стандартные образцы (ССО) – это «средства контроля» или стандарты, используемые для проверки качества и метрологической прослеживаемости объектов исследования, для валидации аналитических методов измерений или для калибровки приборов. Для аналитической химии они являются инструментом, обеспечивающим единство измерений химического состава веществ и материалов разными методами в разных лабораториях. Поскольку большинство аналитических приборов выполняют относительные (сравнительные) измерения, для точной калибровки методик требуются образцы известного состава (СО). Такие СО производятся в соответствие со строгими производственными процедурами и отличаются от лабораторных реактивов сертификацией и прослеживаемостью предоставленных данных. С научной точки зрения, сертифицированный стандартный образец – это материальная модель какого-либо вещества (в пространстве и времени), состав и свойства которого исследованы по определенным алгоритмам и подробно описаны в соответствующем документе (сертификате) опорными характеристиками с указанием их неопределенности (погрешности) и метрологической прослеживаемости [1, 2]. Определения ССО в документах международной и российской законодательной метрологии имеют более утилитарный характер. Формулировки отличаются, но суть одинакова.

Природные матричные ССО содержат аналиты в естественных формах. Подготовка образца, зависит от типа материала. Производство матричного СО обычно включает измельчение природного материала в мелкий порошок и гомогенизацию с последующим измерением каждого аналита. Матричные ССО характеризуются составом основных, второстепенных и следовых химических элементов или компонентов. Для природных материалов гомогенизация часто имеет решающее значение, т.к. они редко однородны в масштабе менее грамма. Стабильность сертифицированного материала также важна, и зависит от типа материала. Этапы разработки ССО состава регламентированы в российской и международной НТД, но создание каждого СО вследствие специфических свойств матриц и уровней аналитов нередко требует применения нестандартных технологических приемов и научных подходов к процедурам отбора, приготовления и

исследования материала, поиска способов статистической обработки данных, полученных разными методами и методиками анализа в разных лабораториях.

Матричные ССО обычно производят национальные или транснациональные метрологические институты, такие как NIST (США), NRC (Канада), IGGE и NIM (Китай), KRISS (Корея) и EC JRC (Объединенный исследовательский центр Европейской комиссии) и др. [2, 3]. Исторически сложилась так, что в СССР (России) Институт геохимии Сибирского отделения Российской академии наук (ИГХ СО РАН) занимается изготовлением матричных ССО геологических материалов с 1974 года. В настоящее время накоплен достаточно большой опыт, чтобы говорить о современных проблемах разработки и аттестации матричных стандартных образцов природных и техногенных сред. Остановимся на некоторых из них.

1. РФ богата природными ресурсами. Нужны ли работы по оптимизации номенклатуры СО твердых геологических материалов: по генезису объекта; по числу аттестованных элементов-аналитов; по числу аттестованных минеральных фаз; по типу руды; по объему дополнительной информации; по назначению ССО в производственном измерительном цикле (ГСО, ОСО, СОП)? Кто их ведёт или должен обобщать?

2. За два последних десятилетия принципиально изменился перечень аналитических методов, используемых в природопользовании (геология, добывающая промышленность, агрохимия, экология и т.д.). Нужно ли создавать ССО для каждого метода? Или СО должны объективно отражать содержания аналитов?

3. Необходима ли плановая организация замены моноэлементных методик (включая закрепленные как ГОСТы) на многоэлементные методики? Как должна быть построена эта работа? Особенно это касается методов анализа, используемых в промышленности (металлургия, фармацевтика, пищевая и т.д.) [1-5].

4. В настоящее время не требует доказательств тот факт, что размер микрообъекта влияет на его химический состав и свойства микрообъекта (наноиндустрия, медицина) [6, 7]. Как обеспечить точность оценивания размерности природных частиц?

5. Разумно ли рассматривать относительные спектрометрические методы химического анализа (АЭС-ИСП, МС-ИСП) как «эталонные»? Или это самообман? Если рассматривать, тогда должна быть какая-то химическая «эталонная» пробоподготовка и/или автоматизированные системы для неё?

В настоящее время не обеспечена потребность в матричных ССО – материальных моделях природных и техногенных сред для развития современных инструментальных аналитических методов и их аппаратурной реализации. Если рассматривать химический анализ как «экспериментальное получение информации о химическом составе и строении веществ и материалов (или вообще материальных объектов), а также идентификацию объектов» [7], то многоэлементные и многопараметрические ССО являются необходимым инструментом для обучения искусственного интеллекта

и его применениях в современных научных и промышленных технологиях химического анализа.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. Стандартные образцы геологических материалов и объектов окружающей среды: проблемы и решения // Журн. аналит. химии. 2017. Т. 72. № 2. С. 99–118. <https://doi.org/10.7868/s0044450217020141>
2. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. Стандартные образцы растительных материалов – инструмент обеспечения единства химических измерений // Журн. аналит. химии. 2021. Т. 76. № 2. С.99–123. <https://doi.org/10.31857/s0044450221020146>
3. Васильева И.Е., Шабанова Е.В. Стандартные образцы растительных материалов – инструмент обеспечения единства химических измерений в геохимии, экологии, сельском хозяйстве и фармакологии // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 2. С.33–47. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-2-33-47>
4. Шабанова Е.В., Васильева И.Е., Таусенев Д.С., Scherbarth S., Pierau U. Характерные свойства стандартных образцов кластера «Растения» в коллекции ИГХ СО РАН // Эталоны. Стандартные образцы. 2021. Т. 17. № 3. С.45–61. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-45-61>
5. Карпов Ю.А. Филиппов М.Н., Барановская В.Б. Решенные и нерешенные проблемы метрологии химического анализа // Журн. аналит. химии. 2019. Т. 74. № 9. С. 643–651. <https://doi.org/10.1134/S0044450219090056>
6. Данилова Ю.В., Васильева И.Е., Шабанова Е.В., Савельева В.Б., Данилов Б.С. Благородные металлы в породах сарминской серии: фазовый состав и элементные ассоциации // Геохимия. 2021. Т. 66. № 2. С. 262–274. <https://doi.org/10.31857/S0016752521010027>
7. Ermolin M.S., Ivaneev A.I., Fedyunina N.N., Karandashev V.K., Burmistrov A.A., Fedotov P.S. Natural silicate nanoparticles: separation, characterization, and assessment of stability and perspectives of their use as reference nanomaterials // Anal. Bioanal. Chem. 2021. V. 413. P. 3999-4012, <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03351-2>
8. Золотов Ю.А. Эволюция методов химического анализа // Вестник Российской академии наук. 2020. Т. 90. № 2. С 140-147. <https://doi.org/10.31857/S0869587320020140>