

Метрологическая прослеживаемость аналитических результатов

Прослеживаемость обеспечивает сопоставимость результатов

Информационный лист для аналитических лабораторий о прослеживаемости и о том, как лаборатория может продемонстрировать прослеживаемость результатов на примере определения ртути



О прослеживаемости в XIX веке

Однажды молочница купила один килограмм муки в местной лавке. На следующий день она вернулась в лавку, чтобы продать лавочнику один килограмм сливочного масла. Тот пожаловался, что в килограмме не хватает 50 граммов.

– Как странно, – воскликнула молочница, – ведь чтобы верно взвесить масло, я использовала килограмм муки, который вы мне вчера продали!

Прослеживаемость сегодня

Прослеживаемость – это способность узнать, например, о предках человека или происхождении товара. Происхождение слова может быть связано с латинским словом *tractus*=*тот, которого тащат* или глаголом *trahere*=*тащить*.

Прослеживаемость может наблюдаться в отношении документации, процедуры отбора, лаборатории, лаборанта, метода и т.д., но в контексте ISO/IEC 17025 мы имеем дело с прослеживаемостью результатов измерений, т.е. результаты измерений должны быть прослеживаемы до принятых метрологических¹ основ для сравнения. Для обозначения этого свойства используется выражение **метрологическая прослеживаемость**.

Определение термина **метрологическая прослеживаемость** в Международном словаре по метрологии²:

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 измерения².

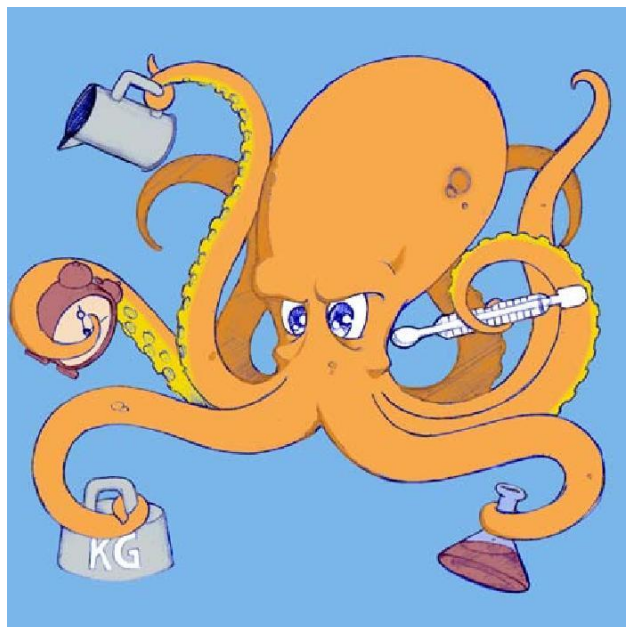
¹Метрология – это наука об измерениях.

²Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM), Руководство ISO/IEC Guide 99, 2007

Основы для сравнения

В идеале **основы для сравнения** должны быть представлены значениями величин национальных и международных эталонов, выраженными в единицах СИ. Прослеживаемость обеспечивается посредством цепей калибровок. Для температуры и многих других физических величин, например, массы и времени, установить прослеживаемость относительно легко.

Кроме того, в области химии рабочими эталонами являются вещества с определенной степенью чистоты, растворы чистых веществ и матричные стандартные образцы.



Лаборант, который не знает прослеживаемости своих результатов измерений объема, времени, массы, концентрации градуировочного раствора и температуры.

Пример прослеживаемости до единиц СИ: Температура

Температуру образца можно проследить по **цепочке калибровок** к **основе для сравнения**, выраженной единицей СИ для температуры 0 °С.



Пример: содержание ртути в тунце

Результат измерения (массовая доля) ртути в образце тунца составляет $4,03 \pm 0,11$ мг/кг. Результат указывается как общее содержание ртути (Hg) на единицу сухой массы, определенное на отдельной порции образца (сушка при 105°C в течение 12 ч), а неопределенность измерения указывается с доверительной вероятностью 95 % ($k = 2$).

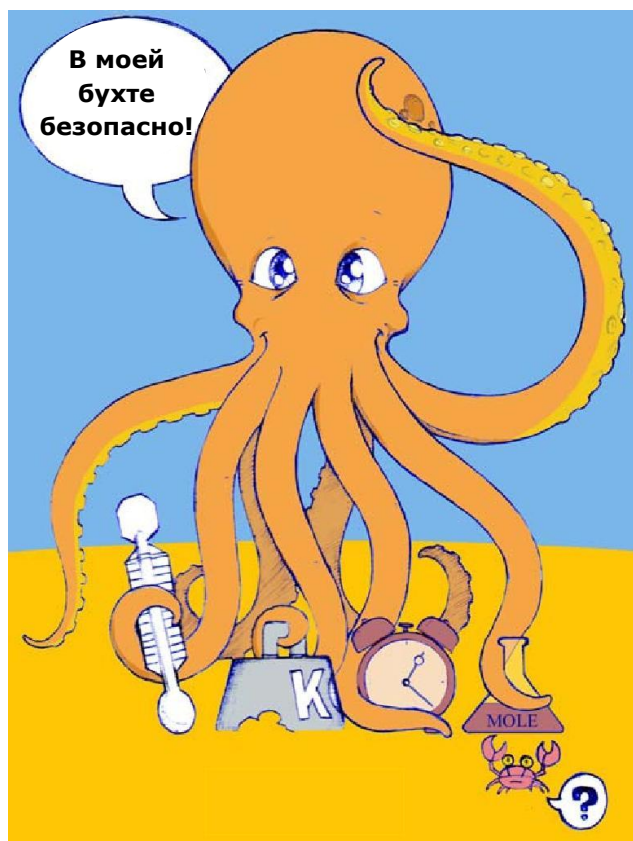
В данном случае содержание ртути определено с помощью анализатора ртути (метод атомно-абсорбционной спектроскопии холодного пара) после микроволновой пробоподготовки.

Образцы взвешивают на весах, имеющих свидетельство о калибровке, которое связывает измеренную массу с единицей СИ – кг.

Продукт кислотного разложения разбавляют в мерной колбе, для которой производителем представляется информация о прослеживаемости объема колбы до национального эталона.

Калибровочная кривая построена с помощью аттестованного стандартного образца – эталона содержания ртути, в сертификате которого указаны значение массовой доли ($0,998 \pm 0,005$) мг/кг ($k = 2$) и прослеживаемость до чистой ртути.

Метод валидирован с использованием соответствующего матричного аттестованного стандартного образца с общим содержанием ртути $1,97 \pm 0,04$ мг/кг ($k = 2$). Валидация проведена с целью проверки эффективности метода.



Лаборант, который знает прослеживаемость своих результатов измерений объема, времени, массы, концентрации градуировочного раствора и температуры.

Рисунки Дугласа Хасбана

Прослеживаемость, демонстрируемая лабораторией

Доказательства, необходимые лаборатории, чтобы продемонстрировать прослеживаемость для результата измерения содержания ртути:

1. концентрация ртути в растворе: сертификат раствора аттестованного стандартного образца
2. масса образца: свидетельство о калибровке весов
3. объем мерной колбы: свидетельство о калибровке от производителя
4. температура сушки: калибровка печи
5. условия пробоподготовки: в соответствии с установленными требованиями
6. время сушки: обычные часы или секундомер

Пункт 1 требует особого внимания для обеспечения качества и прослеживаемости калибровочного эталона.

Прослеживаемость в отношении пунктов 2, 3 и 6 легко обеспечивается при приемлемой неопределенности с использованием покупного оборудования.

Пункты 4 и 5 требуют особого внимания со стороны лаборатории.

При валидации метода крайне важно использовать матричные аттестованные стандартные образцы, однако они не являются частью прослеживаемости, так как не применяются для калибровки. Если аттестованный стандартный образец используется для определения поправки на степень извлечения, он должен быть частью прослеживаемости. Однако, возможно, что неопределенность, связанную с данным матричным аттестованным стандартным образцом, нужно будет включить в бюджет неопределенности.

Валидация и прослеживаемость. Погрешность измерения и контроль качества

- **Валидация** метода показывает, что метод (совокупность условий), используемый в данной лаборатории в определенное время, пригоден для конкретной цели и что все существенные эффекты определены.
- Калибровка критически важного оборудования завершает цепочки метрологической **прослеживаемости**.
- **Неопределенность измерения** рассчитывается исходя из валидации метода и прослеживаемости.
- **Контроль качества** (внутренний и внешний) гарантирует, что качество результатов измерений (включая неопределенность) будет таким же, как и во время валидации.

Вывод

Прослеживаемость результата измерения – это **метрологическая прослеживаемость**, определенная в Международном словаре по метрологии. Прослеживаемость соотносит результат измерений с единицами СИ или другими установленными эталонами/основами для сравнения.

Прослеживаемость имеет важное значение для сопоставимости результатов анализа, что является требованием ISO/IEC 17025.

Прослеживаемость легко достигается посредством надлежащей лабораторной практики.

Дополнительная информация

Руководство EURACHEM/CITAC по прослеживаемости www.eurachem.com.

Руководство VAM: Соответствие требованиям ISO 17025 к прослеживаемости www.vam.org.uk

Прослеживаемость измерительного и испытательного оборудования до национальных эталонов, EAL-G12

www.european-accreditation.org