

Научная статья

УДК 543.08

<https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-8-25-29>

Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КООМЕТ. Часть 1. Международная практика по установлению прослеживаемости сертифицированных значений стандартных образцов

Сергей Викторович Медведевских¹, Егор Павлович Собина², Ольга Николаевна Кремлева^{3✉}, Мария Юрьевна Медведевских⁴, Алена Вячеславовна Собина⁵, Наталия Сергеевна Тараева⁶

¹ Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия, s.v.medvedevskikh@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3084-1612>

^{2, 3, 4, 5, 6} Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д. И. Менделеева», Екатеринбург, Россия

²sobina_egor@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8489-2437>

³kremleva@uniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-6003-040X>

⁴lab241@uniim.ru, <https://publons.com/researcher/2119462/mary-medvedevskikh/>

⁵sobinaav@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5873-7326>

⁶taraeva@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8474-6621>

Аннотация. Увеличение числа национальных средств передачи единиц величин с установленными показателями метрологической прослеживаемости в международных организациях – актуальное направление развития для многих стран, поскольку способствует решению глобальной задачи сопоставимости результатов измерений, полученных для различных объектов в разное время в разных точках земного шара, а также свидетельствует о высоком уровне качества измерительных возможностей организации и страны. Освещены вопросы установления метрологической прослеживаемости результатов физико-химических измерений. Описана международная практика по установлению прослеживаемости сертифицированных значений стандартных образцов. Дан краткий обзор основных международно признанных концепций демонстрации метрологической прослеживаемости стандартных образцов.

Ключевые слова: метрологическая прослеживаемость, сертифицированные стандартные образцы, эталоны, первичные референтные методики измерений, межлабораторные сличения

Для цитирования: Медведевских С. В., Собина Е. П., Кремлева О. Н., Медведевских М. Ю., Собина А. В., Тараева Н. С. Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КООМЕТ. Часть 1. Международная практика по установлению прослеживаемости сертифицированных значений стандартных образцов // Измерительная техника. 2021. № 8. С. 25–29. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2021-8-25-29>

The question of metrological traceability of COOMET reference materials. Pt. 1. International practice on traceability establishment of reference materials' certified values

Sergey V. Medvedevskikh¹, Egor P. Sobina², Olga N. Kremleva^{3✉}, Maria Yu. Medvedevskikh⁴, Alena V. Sobina⁵, Nataliya S. Taraeva⁶

¹ D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), St. Petersburg, Russia, s.v.medvedevskikh@vniim.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3084-1612>

^{2, 3, 4, 5, 6} UNIIM – Affiliated Branch of D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Ekaterinburg, Russia

²sobina_egor@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8489-2437>

³kremleva@uniim.ru✉, <https://orcid.org/0000-0002-6003-040X>

⁴lab241@uniim.ru, <https://publons.com/researcher/2119462/mary-medvedevskikh/>

⁵sobinaav@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5873-7326>

⁶taraeva@uniim.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8474-6621>

Abstract. The multiplication of national units transfer instruments with established values of metrological traceability in international organisations is one of the most actual development directions for a large number of countries, inasmuch as this direction contributes to the solution of a global problem of measurement results comparability which were received for various objects in different times in different parts of the world as well as indicates the high quality of measuring capabilities of an organisation or a country. The paper contains issues of establishment of metrological traceability of results of physicochemical measurements. The international practice on traceability establishment of reference materials' certified values is described in the work. The authors also provided a brief overview of internationally accepted fundamental concepts of reference materials metrological traceability demonstration.

Keywords: metrological traceability, certified reference materials, measurement standards, primary reference measurement procedures, interlaboratory comparisons

Введение. Демонстрация национальной метрологической прослеживаемости результатов измерений во многом определяет значимость и признание страны в мире, её потенциал в создании новых технологий, научных и инновационных направлений. По сути, это признание высшим уровнем метрологического сообщества важности целостности измерений для современной общественной жизни и определённого уровня доверия, необходимого для поддержания социально-экономической деятельности страны.

Проблемами установления метрологической прослеживаемости результатов измерений занимаются многие международные организации, в частности Международное бюро мер и весов (МБМВ), Международная организация законодательной метрологии, Международная организация по стандартизации (ИСО), Международная организация по аккредитации лабораторий (ИЛАК), Евро-Азиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений (KOOMET) и др.

Основные подходы к демонстрации метрологической прослеживаемости результатов измерений регламентированы признанными в метрологическом сообществе разных стран международными документами: ISO/IEC 17025:2017 "General requirement for the competence of testing and calibration laboratories", ISO 17034:2016 "General requirements for the competence of reference material producers", ISO Guide 30:2015 "Reference materials – Selected terms and definitions", ISO Guide 31:2015 "Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying documentation", ISO Guide 33:2015 "Reference materials – Good practice in using reference materials", ISO Guide 35:2017 "Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability", ILAC P10:07/2020 "ILAC Policy on metrological traceability of measurement results", ISO 17511:2020 "In vitro diagnostic medical devices – Requirements for establishing metrological traceability of values assigned to calibrators, trueness control materials and human samples", ISO 17511:2020 "In vitro diagnostic medical devices – Requirements for establishing metrological traceability of values assigned to calibrators, trueness control materials and human samples". Вопросы, связанные с демонстрацией метрологической прослеживаемости результатов измерений в различных областях промышленности, широко освещены в литературе [1–9].

Зачастую единственный способ для испытательных и калибровочных лабораторий продемонстрировать метрологическую прослеживаемость результатов измерений заключается в применении стандартных образцов (СО), аттестованные значения которых должны прослеживаться к некоторой основе для сравнения – опорной точке, реперу,

эталону. Многие исследователи и технические эксперты в области метрологии проявляют интерес к разработке новых и совершенствованию существующих методик измерений, основанных на метрологических принципах. В настоящее время реализовать метрологическую прослеживаемость можно только при обеспечении на глобальной основе передачи единицы величины от средств измерений к Международной системе единиц (СИ) или международно признанным артефактам, или первичным референтным методикам измерений. Наиболее доступными и одновременно мобильными средствами передачи являются СО. Использование СО как средства для обеспечения метрологической прослеживаемости к СИ привело к значительному развитию отрасли разработки и выпуска СО в последние годы как в России, так и за рубежом. Рынок СО активно развивается. Но за ускоренным созданием номенклатуры СО кроется проблема обеспечения их метрологической прослеживаемости.

Цель статьи – провести сравнительный анализ различных международных практик по установлению метрологической прослеживаемости СО.

Различные трактовки понятия «метрологическая прослеживаемость». Определение понятия «метрологическая прослеживаемость» встречается в нескольких основополагающих международных документах: ISO 17034:2016, ISO Guide 30:2015, ILAC P10:07/2020, ISO 17511:2020 и JCGM 200:2008 "International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)". Согласно Международному словарю по метрологии (VIM) «метрологическая прослеживаемость – 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 **неопределённость измерений**... ПРИМЕЧАНИЕ 1. В этом определении «основой для сравнения» может быть определение **единицы измерения** через её практическую реализацию, или **методика измерений**, включающая единицу измерения для величин, отличных от **порядковых**, или **эталон**».

В целом ИСО, как и Комитет по стандартным образцам – ИСО/ПЕМКО, в практике и разработанных документах придерживается термина, представленного в JCGM 200:2008. В стандарте ISO 17511:2020 (одном из международных стандартов по лабораторной и клинической медицине) также используется термин «метрологическая прослеживаемость», определённый по JCGM 200:2008.

При этом в национальных нормативных документах в части законодательной метрологии понятие «метрологическая прослеживаемость» трактуется несколько иначе, например в Федеральном законе РФ от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (в редакции от 21.07.2014 № 254-ФЗ) «прослеживаемость – свойство эталона единицы величины, средства измерений или результата измерений, заключающееся в документально подтвержденном установлении их связи с **государственным первичным эталоном** или **национальным первичным эталоном** иностранного государства **соответствующей единицы величины** посредством сличения эталонов единиц величин, поверки, калибровки средств измерений». Из чего следует, что законодательная метрология РФ в части соответствия единицы величины трактует установление метрологической прослеживаемости более строго, делая акцент на иерархическую схему калибровок СИ до первичного эталона именно этой единицы величины.

Далее проанализируем несколько международно признанных практик (в рамках МБМВ, ИСО, ИЛАК) по обеспечению метрологической прослеживаемости СО.

Обеспечение метрологической прослеживаемости согласно практике МБМВ. Создание единых международно признанных эталонов – задача национальных метрологических институтов. Во главе доказательной базы метрологической прослеживаемости к единицам СИ находятся международные ключевые сличения эталонов, на основе которых заявляются и признаются калибровочные и измерительные возможности национальных метрологических институтов (НМИ) в рамках МБМВ в соответствии с соглашением о взаимном признании CIPM MRA (CIPM MRA documents. Bureau international des poids et mesures. [Электронный ресурс]. URL: <https://www.bipm.org/en/cipm-mra/cipm-mra-documents>). Соглашение CIPM MRA между НМИ служит технической основой для обеспечения взаимного признания национальных измерительных эталонов и признания действительности сертификатов о калибровке и измерениях, выданных НМИ. В области химии на международном уровне технической основой, как правило, являются не эталоны, а референтные методики измерений, которые реализованы в соответствующем НМИ (на уровне Консультативного комитета по количеству вещества МБМВ рассматриваются в основном рациональные, реже эмпирические методы, при этом предпочтение отдаётся первичным методам измерений). В остальном признание измерительных и калибровочных возможностей в области химии в соответствии с соглашением CIPM MRA осуществляется так же, как в классических видах измерений.

Сведения обо всех признанных калибровочных и измерительных возможностях по разным видам измерений представлены в Базе данных ключевых сличений KCDB 2.0 (База данных ключевых сличений KCDB. [Электронный ресурс]. URL: <http://kcdb.bipm.org>). В KCDB 2.0 содержится информация об участниках соглашения CIPM MRA, о результатах сличений (ключевых и дополнительных), а также о калибровочных и измерительных возможностях (СМС), прошедших экспертную оценку.

В области измерений количества вещества метрологическая прослеживаемость, как правило, реализуется с применением СО НМИ, которые обеспечивают калибровочный сервис НМИ. В деятельности МБМВ признаются и учитываются результаты измерений, которые прослеживаются к СИ. Причем последнее достигается использованием первичных методов измерений, которые не требуют предварительной калибровки с привлечением единиц величин, характеризующих содержание компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, что позволяет применять СО НМИ с наивысшей точностью, называемые первичными стандартными образцами НМИ (или primary reference material, PRM). Характеризация СО из базы данных KCDB 2.0 в качестве средства подтвержденных измерительных возможностей не должна основываться на использовании «коммерческих» (свободно реализуемых на рынке) СО, которые произведены другими аккредитованными или неаккредитованными производителями, кроме НМИ. В рамках МБМВ обычно не решаются вопросы метрологической прослеживаемости для эмпирических методик (например, измерения влажности твердых веществ термogravиметрическим методом), также не предполагается получение опорных значений с привлечением нескольких методов измерений, реализованных в одной или различных лабораториях.

Основное достоинство подхода МБМВ – это создание действительно достоверной демонстрации метрологической прослеживаемости к международно признанным эталонам.

Основным недостатком данного подхода является большая длительность процесса создания национальных первичных эталонов и демонстрации признания измерительных и калибровочных возможностей НМИ, вследствие чего НМИ не всегда успевают обеспечить мировую экономику необходимым количеством номенклатуры СО, в то время как развитие технологического парка стран успевает значительно продвинуться вперед.

Обеспечение метрологической прослеживаемости согласно практике ИСО/РЕМКО. Комитет по стандартным образцам ИСО/РЕМКО с учётом трудностей НМИ по созданию обширной номенклатуры СО и многообразия объектов и определяемых компонентов, имеет более широкие (по сравнению с возможностями МБМВ) возможности к демонстрации метрологической прослеживаемости выпускаемых для коммерческого использования СО (в том числе матричных).

Требования к метрологической прослеживаемости в соответствии с документами ISO/IEC 17025:2017, ISO 17034:2016, ISO Guide 30:2015, ISO Guide 31:2015, ISO Guide 33:2015, ISO Guide 35:2017 разработаны для широкого круга мировых производителей (в том числе аккредитованных) СО. Согласно рекомендациям ISO/TR 16476:2016 “Reference materials – Establishing and expressing metrological traceability of quantity values assigned to reference materials” допускается «горизонтальная прослеживаемость», при которой для демонстрации предполагается один из следующих вариантов: измерения отдельным (первичным) методом в отдельной лаборатории; измерения двумя или более независимыми стандартными методами в одной лаборатории; измерения сетью лабораторий,

использующих один или несколько методов с демонстрируемой точностью; измерения конкретным методом, дающим только оценку значений свойств. Таким образом, в ISO/TR 16476:2016 допускаются измерения сетью лабораторий, а также использование эмпирических методик, и эти обстоятельства должны быть обязательно указаны в сертификате на СО.

Основное достоинство подхода Комитета по стандартным образцам ИСО/РЕМКО состоит в более гибкой и менее затратной (по сравнению с практикой МБМВ) достоверной демонстрацией метрологической прослеживаемости СО. Основным недостатком данного подхода является то, что даже в тех случаях, когда при сертификации СО прослеживаются по отдельности все результаты, полученные от сети лабораторий, совершенно неясными остаются степень и основы сравнения цепи прослеживаемости объединённого результата. Эта проблема значительно усугубляется, если объединяемые результаты отдельных лабораторий прослеживаются к различным основам сравнения или, по меньшей мере, различными путями. К недостаткам также относится более «размытая» прослеживаемость коммерческих СО.

Обеспечение метрологической прослеживаемости согласно практике ИЛАК. Основным документом, определяющим требования к метрологической прослеживаемости в рамках деятельности ИЛАК является международный документ ILAC P10:07/2020. В соответствии с политикой ILAC P10:07/2020 для метрологической прослеживаемости необходима непрерывная цепь калибровок, прослеживаемых к признанным эталонам или СО с установленными значениями неопределённости.

В метрологическом сообществе существует распространённое ошибочное представление о том, что прослеживаемость может обеспечиваться по отношению к какой-то организации (например, как прослеживаемость к определённому НМИ), что в дальнейшем способствует устойчивому неверному пониманию процедуры («природы») прослеживаемости. По мнению авторов настоящей статьи, метрологическая прослеживаемость имеет отношение к референтным значениям эталонов и результатов измерений, а не к организации, которая их предоставляет.

В работе [1] проанализированы формулировки записи утверждений о метрологической прослеживаемости в сертификатах на СО в области чистых веществ, растворов, матричных СО различных производителей. По результатам анализа автор [1] рекомендует при оформлении сертификатов СО включать ссылки на СО НМИ, к которому прослеживается аттестованное значение конкретного СО, при этом не требуется дополнительно расшифровывать пути реализации прослеживаемости указанных СО НМИ.

Политика ILAC P10:07/2020 в отношении метрологической прослеживаемости, которую обеспечивают производители стандартных образцов с помощью сертифицированных СО, заключается в том, что сертифицированные значения, присвоенные СО, устанавливают действительную метрологическую прослеживаемость в следующих случаях:

«4) НМИ производят сертифицированные СО с использованием услуги, которая включена в BIPM KCDB.

или

5) Аккредитованные производители СО производят сертифицированные СО в соответствии с областью их аккредитации, а орган по аккредитации находится в сфере действия Соглашения ILAC или региональных соглашений, признанных ILAC.

или

6) Сертифицированные значения, присвоенные сертифицированным СО, содержатся в базе данных Объединённого комитета по прослеживаемости в лабораторной медицине (JCTLM).

Признавая, что аккредитация производителей СО все еще развивается и у аккредитованных производителей СО могут отсутствовать сертифицированные СО, то в случае, когда сертифицированные СО производятся неаккредитованными производителями, аккредитованные организации должны продемонстрировать, что сертифицированные СО были предоставлены компетентным производителем СО и что они пригодны для своего предполагаемого использования.

Когда метрологическая прослеживаемость к единицам СИ технически невозможна, аккредитованная организация несет ответственность за:

7a) Выбор способа по соответствию требованиям метрологической прослеживаемости путем использования сертифицированных значений сертифицированных СО, предоставленных компетентным производителем.

или

7b) Документирование результатов подходящего сличения с референтными методиками выполнения измерений, установленными методами или согласованными стандартами (эталонами), которые четко описаны и признаны в качестве обеспечивающих результаты измерений, пригодных для их предполагаемого использования. Органу по аккредитации следует оценить доказательства этого сличения.

Примечание 4. Если метрологическая прослеживаемость только к единицам СИ не уместна или не подходит для применения, следует выбрать четко определенную измеряемую величину. Следовательно, определение метрологической прослеживаемости включает в себя как подтверждение идентичности измеренного свойства, так и сличение результатов с соответствующим принятым эталоном. Сличение осуществляется путем обеспечения надлежащей валидации и/или верификации методик измерений, надлежащей калибровки измерительного оборудования и установления достаточного контроля за условиями измерения (например, условиями окружающей среды), что необходимо для обеспечения достоверного результата.

Примечание 5. Избыточные материалы для испытаний часто можно получить у провайдеров проверки квалификации. Необходимо проверить, может ли провайдер проверки квалификации предоставить дополнительную информацию о стабильности, чтобы продемонстрировать текущую стабильность значения свойства и матрицы материала для испытаний. Если это невозможно, эти материалы для испытаний нельзя рассматривать в качестве альтернативного способа обеспечения достоверности результатов».

Таким образом, ИЛАК, руководствуясь принципами МБМВ, учитывает проблематику обеспечения испытательных и калибровочных лабораторий только СО, произведенными НМИ. При этом допускается применение СО других производителей, но с обязательным условием демонстрации метрологической прослеживаемости. ИЛАК также поддерживает подходы к демонстрации метрологической прослеживаемости, рекомендованные документами ИСО/РЕМКО, однако чётко не определяет опорные точки, до которых устанавливается метрологическая прослеживаемость, что приводит к неоднозначным суждениям Органа по аккредитации при оценивании метрологической прослеживаемости СО.

Сравнение различных подходов к установлению метрологической прослеживаемости. Из анализа трёх рассмотренных критериев метрологической прослеживаемости, применяемых МБМВ, ИСО/РЕМКО и ИЛАК, следует, что несмотря на общий методологический подход, различаются идеологии подхода к установлению метрологической прослеживаемости. Основные различия идеологии наблюдаются, когда невозможно проследить результаты измерений до системы единиц СИ и (или) когда используются эмпирические методы измерений или межлабораторный эксперимент при характеристике СО.

Заключение. При описании международной практики по установлению прослеживаемости сертифицированных значений СО показаны различия в определениях термина «метрологическая прослеживаемость», приведённых в международных и национальных документах. В результате краткого сравнительного обзора основных международно признанных концепций демонстрации метрологической прослеживаемости СО представлены достоинства и недостатки концепций МБМВ, ИСО и ИЛАК.

Список литературы

1. Sargent M., *Accreditation and Quality Assurance*, 2020, vol. 25, pp. 367–372. <https://doi.org/10.1007/s00769-020-01450-8>
2. Do Ceu Ferreira M., Matos A., Leal R. P., *Accreditation and quality assurance*, 2015, vol. 20, pp. 457–464. <https://doi.org/10.1007/s00769-015-1149-9>
3. Brown R. J. C., Andres H., *Accreditation and quality assurance*, 2020, vol. 25, pp. 161–166. <https://doi.org/10.1007/s00769-020-01424-w>
4. Velychko O., Gordiyenko T., *Standards, methods and solutions of metrology*, Luigi Cocco, IntechOpen, 2019. <https://doi.org/10.5772/intechopen.84853>
5. Kyriacos T., Sappho M., Metrological requirements for accredited laboratories, *17th International congress of metrology*, Paris, France, September 21–24 2015, Paris, EDP Sciences, 2015. <https://doi.org/10.1051/metrology/201502016>

Paris, France, September 21–24 2015, Paris, EDP Sciences, 2015. <https://doi.org/10.1051/metrology/201502016>

6. Bulska E., *Metrology in chemistry. Lecture notes in chemistry*, 2018, vol. 101, pp. 35–51. https://doi.org/10.1007/978-3-319-99206-8_4
7. Miller W. G., Greenberg N., Budd J., Delatour V., *IFCC Working Group on Commutability in Metrological Traceability, Clinica chimica acta*, 2021, vol. 514, pp. 84–89. <https://doi.org/10.1016/j.cca.2020.12.021>
8. Панева В. И. Роль межлабораторных сравнительных испытаний в обеспечении качества аналитических измерений, используемых в области оценки соответствия // Стандартные образцы. 2009. № 3. С. 7–14.
9. Кутяйкин В. Г., Горбачев П. А., Гейгер Е. Ю., Савровский К. К. Метрологическая прослеживаемость результатов испытаний // Компетентность. 2020. № 7. С. 30–36. <https://doi.org/1024411/1993-8780-2020-10706>

References

1. Sargent M., *Accreditation and Quality Assurance*, 2020, vol. 25, pp. 367–372. <https://doi.org/10.1007/s00769-020-01450-8>
2. Do Ceu Ferreira M., Matos A., Leal R. P., *Accreditation and quality assurance*, 2015, vol. 20, pp. 457–464. <https://doi.org/10.1007/s00769-015-1149-9>
3. Brown R. J. C., Andres H., *Accreditation and quality assurance*, 2020, vol. 25, pp. 161–166. <https://doi.org/10.1007/s00769-020-01424-w>
4. Velychko O., Gordiyenko T., *Standards, methods and solutions of metrology*, Luigi Cocco, IntechOpen, 2019. <https://doi.org/10.5772/intechopen.84853>
5. Kyriacos T., Sappho M., Metrological requirements for accredited laboratories, *17th International congress of metrology*, Paris, France, September 21–24 2015, Paris, EDP Sciences, 2015. <https://doi.org/10.1051/metrology/201502016>
6. Bulska E., *Metrology in chemistry. Lecture notes in chemistry*, 2018, vol. 101, pp. 35–51. https://doi.org/10.1007/978-3-319-99206-8_4
7. Miller W. G., Greenberg N., Budd J., Delatour V., *IFCC Working Group on Commutability in Metrological Traceability, Clinica chimica acta*, 2021, vol. 514, pp. 84–89. <https://doi.org/10.1016/j.cca.2020.12.021>
8. Paneva V. I., The role of interlaboratory comparison tests in the quality assurance of analytical measurements, used in conformity assessment, *Reference Materials*, 2009, no. 3, pp. 7–14. (In Russ.)
9. Kutyaykin V. G., Gorbachev P. A., Geyger E. Yu., Savrovskiy K. K. *Competency (Russia)*, 2020, no. 7, pp. 30–36. (In Russ.) <https://doi.org/1024411/1993-8780-2020-10706>

Статья поступила в редакцию 24. 05. 2021; принята к публикации 10.06.2021.