

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ / ORIGINAL PAPERS

■ ЭТАЛОНЫ / MEASUREMENT STANDARDS

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-1-5-13

УДК 006.9:53.089.68:528.088

СПОСОБ ОЦЕНКИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ АТТЕСТОВАННОГО ЗНАЧЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА

© П. В. Мигаль, С. В. Медведевских, В. А. Фирсанов

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
E-mail: mig@uniim.ru

Поступила в редакцию 25 ноября 2018 г., после доработки – 11 февраля 2019 г.

Принята к публикации – 19 февраля 2019 г.

В статье представлены результаты проведенного исследования стандартного образца многокомпонентного раствора. Предложен алгоритм оценки неопределенности содержания химического элемента в стандартном образце с учетом массы элемента в каждой составляющей смеси. Результаты, полученные расчетным способом по процедуре приготовления с использованием предложенного алгоритма, подтверждены методом Монте-Карло, а содержания элементов в смеси подтверждены результатами измерений методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанный плазмой. Показана возможность применимости средневзвешенных оценок для характеристизации стандартного образца многокомпонентного раствора.

Ключевые слова: многокомпонентный стандартный образец, неопределенность, чистые вещества, прослеживаемость

Ссылка при цитировании:

Мигаль П. В., Медведевских С. В., Фирсанов В. А. Способ оценки неопределенности аттестованного значения многокомпонентного стандартного образца // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 1. С. 5–13. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-5-13.

For citation:

Migal P. V., Medvedevskikh S. V., Firsanov V. A. A method for estimating the certified value uncertainty of a multicomponent reference material. 2019; 15 (1): 5–13. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-1-5-13 (In Russ.).

* Материалы данной статьи переведены на английский язык и опубликованы в сборнике «Reference Materials in Measurement and Technology» издательство Springer.

A METHOD FOR ESTIMATING THE CERTIFIED VALUE UNCERTAINTY OF A MULTICOMPONENT REFERENCE MATERIAL

© Pavel V. Migal, Sergei V. Medvedevskikh, Valery A. Firsanov

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM),
Ekaterinburg, Russian Federation
E-mail: mig@uniim.ru

Received – 25 November, 2018. Revised – 11 February, 2019.

Accepted for publication – 19 February, 2019.

This paper presents the results of a series of studies aimed at investigating the reference material (RM) of a multicomponent solution. An algorithm for estimating the uncertainty induced by the chemical element content in the RM is proposed taking into account the mass of the measurand in each component of the mixture. The results calculated according to the preparation procedure using the proposed algorithm were confirmed by the Monte Carlo method, while the elemental content in the mixture was confirmed via inductively coupled plasma optical emission spectroscopy. The applicability of weighted mean estimates for characterizing an RM of a multicomponent solution is shown.

Keywords: multicomponent reference material, uncertainty, pure substances, traceability

Используемые в статье сокращения:

СО – стандартный образец
GUM – руководство по выражению неопределенности результатов измерений
ICP MS – масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой
CGHE – метод восстановительного плавления
MMC – метод Монте-Карло
ICP OES – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой

Abbreviations used in the article:

RM – reference material
GUM – guide to the expression of uncertainty in measurement
ICP MS – inductively coupled plasma mass spectrometry
CGHE – carrier gas hot extraction
MMC – Monte Carlo method
ICP OES – inductively coupled plasma optical emission spectrometry

Введение

Известно, что стандартные образцы (СО) выполняют роль эталонов в химии. СО растворов химических элементов получили широкое применение в современном количественном химическом анализе при построении калибровочных зависимостей выходных сигналов, например, спектральных средств измерений, от содержания определяемых компонентов. Удобство применения многоэлементных стандартных растворов характеризуется универсальностью современных инструментальных методов анализа, которая позволяет проводить калибровку средств измерений для одновременного определения нескольких элементов по одному или нескольким сигналам.

Обзор литературы

Уральским институтом метрологии за последние 8 лет был накоплен банк чистых веществ, который

насчитывает более 70 соединений 55 индивидуальных элементов. Эти вещества являются кандидатами в эталоны сравнения [1] и становятся таковыми после полной оценки чистоты. Такие эталоны сравнения в международной практике называются *primary reference material* [2], *primary calibration substances (materials)* [3], *primary standards for elemental determination* [4] и т. п. В работе [5] показано что высокочистые материалы могут выступать в качестве материальной реализации единицы моля в Международной системе единиц величин (SI), а их гравиметрически приготовленные растворы являются первичными калибровочными растворами и могут применяться в множестве методов количественного химического анализа. Имея достаточно большую коллекцию чистых веществ разумно использовать их растворы (*primary calibration solution* по [5]) для

характеризации СО растворов элементов (*secondary calibration solution* по [5]) методом высокоеффективной спектрометрии с индуктивно связанный плазмой ввиду высокой прецизионности [6]. При этом с учетом того, что относительная расширенная неопределенность массовой доли основного компонента в растворе эталона сравнения будет порядка 0,05 %, относительная расширенная неопределенность массовой доли этого компонента в СО будет порядка (0,1–0,5)% в зависимости от его стабильности или назначенного срока годности. Таким образом, может быть реализована схема обеспечения прослеживаемости СО моноэлементных растворов.

Что касается производства СО многоэлементного раствора, то очевидно, что самым простым способом является смешение моноэлементных растворов с известным содержанием анализа. Для оценки неопределенности от приготовления смеси предложен подход, изложенный в ISO Guide 35:2017, основанный на применении средневзвешенных оценок [7, 9.3.4], где содержание компонента в смеси определяется по формулам:

$$\bar{x}_i = \sum_{j=1}^N w_j \cdot x_{ij}, \quad (1)$$

$$w_j = m_j / \sum_{j=1}^N m_j, \quad (2)$$

где \bar{x}_i – средневзвешенная оценка содержания i -го компонента в смеси; x_{ij} – содержание i -го компонента в j -й составляющей смеси; w_j – весовые коэффициенты; m_j – масса j -ой составляющей смеси.

ISO Guide 35:2017 также предлагает формулу для оценки стандартной неопределенности от характеристики по процедуре гравиметрического приготовления бинарной смеси [7, (13)], для случая $N=2$.

Однако в рамках методологии GUM [8] в работе [9] показано, что квадрат суммарной стандартной неопределенности выходной величины x_i можно представить для произвольного количества компонентов ($N < \infty$) в общем виде

$$u_{\bar{x}_i}^2 = \sum_{j=1}^N \left[m_j^2 \cdot u_{x_{ij}}^2 + (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 \cdot u_{m_j}^2 \right] / \left(\sum_{j=1}^N m_j \right)^2, \quad (3)$$

где $u_{x_{ij}}$ – стандартная неопределенность содержания i -го компонента в j -й составляющей смеси; u_{m_j} – стандартная неопределенность измерений массы j -й составляющей смеси.

Материалы и методы

Для опробования предложенного подхода был приготовлен мультиэлементный СО, который представляет собой смесь растворов химических элементов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) в матрице 5 % азотной кислоты (*blank*). Моноэлементные растворы приготовлены из чистых металлов гравиметрически с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха при взвешивании на вески металла и конечного раствора. Для приготовления растворов использовали тару из полиэтилена высокого давления, очищенные путем некипящей дистилляции азотную и плавиковую кислоты и деионизованную воду. Массовую долю основного компонента в исходном материале определяли по схеме «100 % минус сумма примесей» с использованием результатов измерений методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ICP MS, PerkinElmer Inc. NexION 300D) и для определения газообразующих примесей (N, O, H) методом восстановительного плавления (CGHE, Eltra GmbH ELEMENTRAC ONH-p). Оценка этого значения и связанный неопределенности рассчитывали по формулам:

$$w = 100 - \sum_{i=1}^n z_i - \sum_{j=1}^r \frac{y_j}{2}, \quad (4)$$

$$U(w) = 2 \cdot u_c(w) = 2 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n u(z_i)^2 + \sum_{j=1}^r u(y_j)^2}, \quad (5)$$

где $u_c(w)$ – суммарная стандартная неопределенность содержания основного компонента в исходном материале; z_i – массовая доля i -й обнаруженной примеси; n – количество обнаруженных примесей; y_j – предел обнаружения установленный для j -й примеси по 3σ критерию; r – количество пределов обнаружения; $u(z_i)$ – стандартная неопределенность измерений j -й примеси; $u(y_j) = y_j / 2 / \sqrt{3}$ – стандартная неопределенность установления предела обнаружения j -й примеси.

При $n + r = 91$ достигается наиболее полная оценка чистоты при характеристике эталона сравнения.

Массовые доли целевых примесных компонентов в каждом растворе определяли так же с помощью ICP MS, а массовую долю основного компонента по формуле:

$$x = K_{stab} \cdot K_{homo} \cdot K_{evap} \cdot \left(w_0 + \frac{m_n \cdot w \cdot \left(\frac{\rho_a}{\rho_r} - 1 \right)}{m_r \cdot \left(\frac{\rho_a}{\rho_n} - 1 \right)} \right), \quad (6)$$

где K_{stab} , K_{homo} , K_{evap} – коэффициенты, связанные с временной стабильностью, с однородностью и с возможным испарением раствора в процессе приготовления соответственно (в расчетах принимаются равными 1, а их неопределенности устанавливаются экспериментально); w_0 – массовая доля основного компонента в бланке (в примере ниже величина принята равной 0 с неопределенностью в виде предела обнаружения); m_n – масса навески исходного материала (чистого металла); m_r – масса раствора; w – массовая доля основного компонента в исходном материале; ρ_a , ρ_r , ρ_n – плотности воздуха, раствора и исходного материала соответственно.

Характерный бюджет неопределенности содержания аналита в таком растворе представлен в табл. 1, где видно, что относительная расширенная неопределенность массовой доли элемента в таком растворе не превышает значения 0,05 %.

Исходные данные при приготовлении смеси представлены в табл. 2.

Для оценки неопределенности массовой доли целевых компонентов в смеси по формуле (3) стандартная неопределенность измерений массы принята 0,0005 г

и использованы оценки стандартных неопределенностей массовых долей компонентов, приведенные в табл. 3. Значения стандартных неопределенностей массовых долей основных компонентов в каждом из растворов приняты равными 0,1 %, так как в подобных задачах планируется использовать не растворы эталонов сравнения, а так называемый *secondary calibration solution*.

Результаты исследования

Для валидации предложенного подхода произведено моделирование методом Монте-Карло (MMC) [10] $1 \cdot 10^6$ значений содержания каждого элемента с нормальным распределением входных величин со стандартным отклонением, численно равным их суммарной стандартной неопределенности. Выходная величина имеет распределение, близкое к нормальному, с коэффициентом охвата около 1,96 в зависимости от входных данных (рис. 1).

Результаты расчетов по формулам (1)–(3), усредненные данные полученных MMC и относительные отклонения этих оценок представлены в табл. 4.

Сравнение показало совместимость полученных оценок и, следовательно, корректность средневзве-

Таблица 1. Бюджет неопределенности приготовления раствора эталона сравнения

Table 1. Uncertainty budget of the primary calibration solution preparation

Источник		Значение	u	Единица величины	c	u·c	u·c, %
Описание	Обозначение						
Массовая доля основного компонента в исходном материале	w	999,940	0,060	мг/г	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$	12,7
Масса навески	m_n	1,0019	0,0002	г	1,0	$2,0 \cdot 10^{-4}$	42,1
Масса раствора	m_r	1000,901	0,002	г	$-1,0 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$	0,3
Плотность воздуха	ρ_a	1,1336	0,0079	кг/м ³	$-8,7 \cdot 10^{-4}$	$6,9 \cdot 10^{-6}$	1,5
Плотность исходного материала	ρ_n	8920	500	кг/м ³	$-1,4 \cdot 10^{-8}$	$7,1 \cdot 10^{-6}$	1,5
Плотность раствора	ρ_r	1017	5	кг/м ³	$1,1 \cdot 10^{-6}$	$5,5 \cdot 10^{-6}$	1,2
Массовая доля компонента в бланке	w_0	0	$5,0 \cdot 10^{-5}$	мг/г	1,0	$5,0 \cdot 10^{-5}$	10,5
Возможная неоднородность раствора	K_{homo}	1	$1,0 \cdot 10^{-5}$	мг/г	1,0	$1,0 \cdot 10^{-5}$	2,1
Стабильность раствора*	K_{stab}	1	$3,3 \cdot 10^{-5}$	мг/г	1,0	$3,3 \cdot 10^{-5}$	7,0
Возможное испарение раствора	K_{evap}	1	$1,0 \cdot 10^{-4}$	мг/г	1,0	$1,0 \cdot 10^{-4}$	21,1
Массовая доля в растворе	x	0,99995		мг/г			
Суммарная стандартная неопределенность	u	0,00024		мг/г			
Расширенная неопределенность ($k=2$, $P=0.95$)	U	0,00048		мг/г			

*по потере массы в бутылках Nalgene 125 PEHD за 1 месяц

Таблица 2. Данные при приготовлении смеси
Table 2. The data of the mixture preparation

Элемент	Массовая доля в растворе, мг/кг									Blank	
	раствор эталона сравнения										
	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Cd		
V	1001	0,071	0,070	0,070	0,070	0,070	0,070	0,070	0,070	0,070	
Cr	0,14	1000	0,13	0,094	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,090	
Mn	0,045	0,045	1000	0,057	0,046	0,045	0,045	0,05	0,045	0,045	
Fe	0,112	0,111	0,167	999	0,108	0,218	0,102	0,30	0,102	0,102	
Co	0,021	0,021	0,0230	0,031	1000	0,024	0,021	0,021	0,021	0,021	
Ni	0,135	0,1360	0,1370	0,141	0,175	1000	0,135	0,138	0,135	0,135	
Cu	0,062	0,062	0,211	0,0631	0,066	0,062	1001	0,046	0,0010	0,062	
Zn	0,005	0,0020	0,109	0,035	0,0010	0,005	0,004	1000	0,1120	0,111	
Cd	0,019	0,019	0,019	0,019	0,019	0,019	0,019	0,199	1000	0,019	
Масса раствора, г	9,9894	9,9998	10,0000	10,0011	10,0014	9,9938	9,9898	10,0004	10,0006	10,0754	

Таблица 3. Сведения о неопределенности исходных данных

Table 3. Background uncertainty information

Элемент	Суммарная стандартная неопределенность массовой доли в растворе, мг/кг									Blank	
	раствор эталона сравнения										
	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Cd		
V	1	0,000	0,006	0,006	0,006	0,006	0,006	0,006	0,006	0,006	
Cr	0,01	1	0,016	0,028	0,0045	0,0045	0,0045	0,0045	0,0045	0,005	
Mn	0,0036	0,0036	1	0,011	0,0092	0,0036	0,0036	0,009	0,0036	0,004	
Fe	0,0056	0,00555	0,008	1	0,016	0,013	0,0051	0,01	0,0051	0,005	
Co	0,00168	0,00168	0,0046	0,005	1	0,004	0,00168	0,00168	0,00168	0,002	
Ni	0,00675	0,0082	0,00685	0,00703	0,00875	1	0,00675	0,0069	0,00675	0,007	
Cu	0,00496	0,00496	0,013	0,0050	0,006	0,00496	1	0,008	0,0002	0,005	
Zn	0,00555	0,0003	0,007	0,010	0,0003	0,00555	0,00555	1	0,0067	0,006	
Cd	0,00152	0,00152	0,00152	0,00152	0,00152	0,00152	0,00152	0,016	1	0,002	

шенных значений содержания компонентов в смеси и расчетов их стандартной неопределенности по (1)–(3). Вместе с тем показано, что наиболее существенным вкладом в неопределенность аттестованных значений является неопределенность массовых долей аттесту-

емых компонентов в их исходных растворах (относительный вклад более 90 %), которая отличается композицией составляющих гравиметрического приготовления растворов из чистых веществ, охарактеризованных по схеме «100 % минус сумма примесей», стабильно-

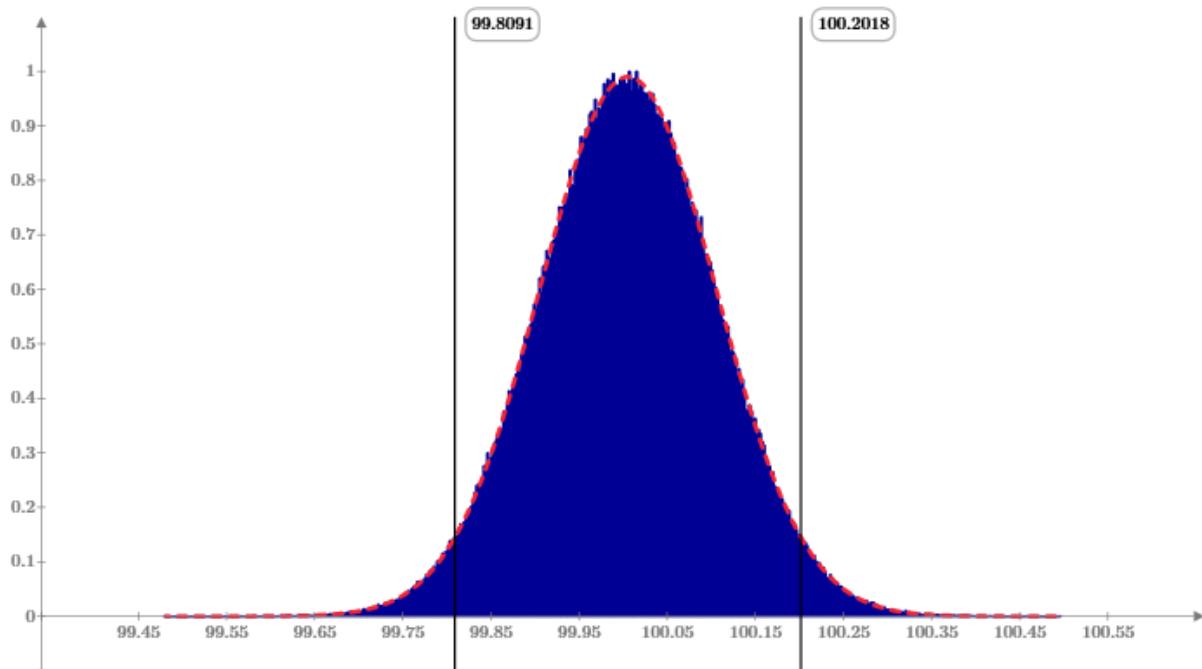


Рис. 1. Распределение выходной величины при моделировании MMC

Fig. 1. The distribution of the output value in the MMC simulation

Таблица 4. Результаты обработки

Table 4. Processing results

Элемент	Оценка по (1)–(3)		Оценка MMC		Относительные отклонения результатов	
	W, ppm	U, ppm	W, ppm	U, ppm	$\delta W, \%$	$\delta U, \%$
V	100,005455	0,199945	100,005542	0,200302	-0,000087	-0,178031
Cr	100,036930	0,200243	100,036775	0,200779	0,000155	-0,266564
Mn	99,990203	0,200158	99,990100	0,200806	0,000103	-0,322879
Fe	99,991478	0,200215	99,991529	0,200642	-0,000051	-0,212705
Co	99,982404	0,200156	99,982267	0,200768	0,000137	-0,304828
Ni	100,013154	0,200045	100,013079	0,200742	0,000075	-0,347546
Cu	100,009858	0,199957	100,009841	0,200462	0,000017	-0,252042
Zn	99,990878	0,200162	99,990814	0,200751	0,000064	-0,293814
Cd	99,989536	0,200161	99,989526	0,200515	0,000009	-0,176464

стью этих растворов и результатов компаратурных измерений методом высокоеффективной атомно-эмисионной спектрометрии с индуктивно связанный плазмой (ICP OES, PerkinElmer Inc. OPTIMA 7300DV).

Тогда, если масса компонентов смеси определяется достаточно точно, во избежание потери точности конечных результатов, сумма примесей целевого элемента

в компонентах смеси не должна значительно превышать значения стандартной неопределенности содержания целевого компонента в его основном растворе. При этом точность определения примесного состава является не существенной. В обратном случае, когда невозможно добиться минимального накопления примесей целевого компонента, необходимо чтобы неопределен-

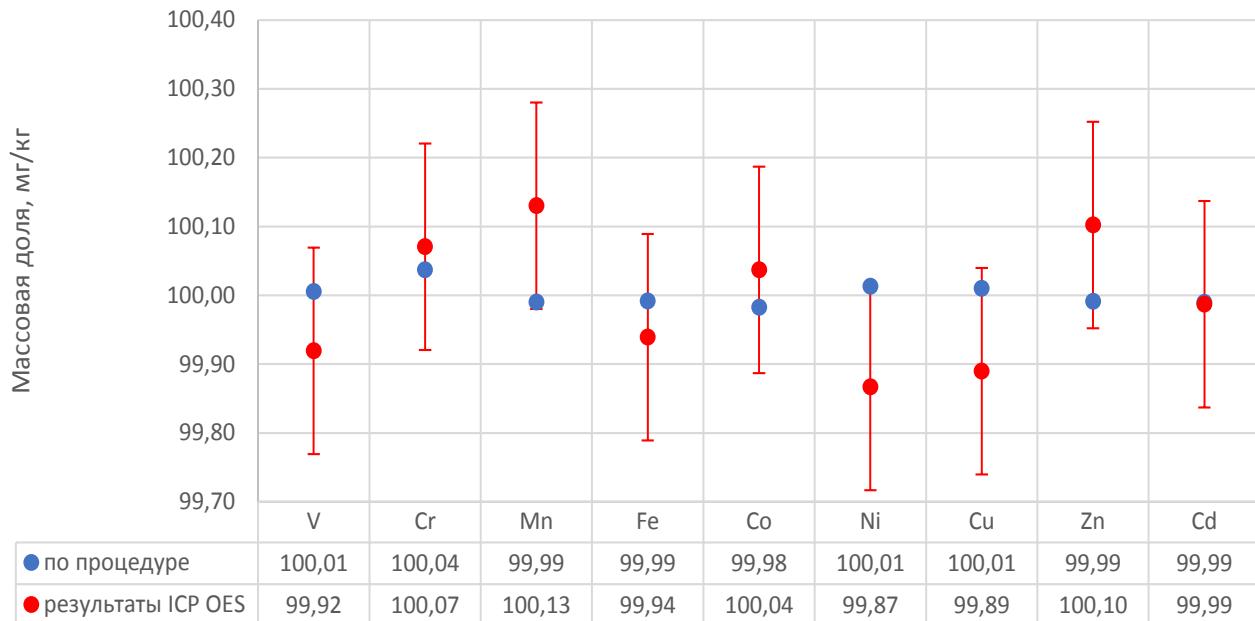


Рис. 2. Сравнение расчетных данных и результатов ICP OES

Fig. 2. Comparison of calculated data and ICP OES results

нность суммарного содержания примесей не превышала 1/2 значения стандартной неопределенности содержания целевого компонента в его основном растворе.

Оценки содержания компонентов, полученные по процедуре приготовления, подтверждены измерениями этих величин методом ICP OES (x_i , L=2).

Обсуждение и заключения

Стоит отметить, что остается открытым вопрос, что же считать аттестованным значением стандартного образца: результаты полученные по процедуре приготовления; результаты измерений методом ICP OES; их среднее или средневзвешенное значение.

Бытует мнение, что неопределенность аттестованного значения СО не может быть лучше, чем неопределенность измерений этой величины, которую может продемонстрировать производитель этого СО. Авторы считают не вполне оправданной такую позицию, когда расчетные данные в конечном итоге не участвуют в расчетах, а используются только результаты непосредственных измерений, так как всякое дополнительное знание об измеряемой (аттестуемой) величине должно приближать нас к все более и более надежным оценкам и пренебрежение такой информацией кажется слишком расточительным.

Наверняка окончательным результатом можно считать среднее взвешенное этих оценок (x_r) с весовыми коэффициентами, связанными с их стандартными

неопределенностями (u_i), и квадрат суммарной стандартной неопределенности величины x_r , как составляющую неопределенности аттестованного значения СО от характеризации:

$$x_r = \sum_{l=1}^L \frac{x_l}{u_l^2} / \sum_{l=1}^L \frac{1}{u_l^2}, \quad (7)$$

$$u_{x_r}^2 = 1 / \sum_{l=1}^L \frac{1}{u_l^2}. \quad (8)$$

Этот подход в целом похож на тот, который используют при характеризации моноэлементных СО [11, 12], где аттестованное значение получено как среднее взвешенное результатов гравиметрического приготовления раствора из высокочистого соединения с установленным содержанием основного компонента и результатов анализа методом ICP OES с калибровкой по четырем независимо приготовленным «первичным стандартам» (в оригинале: *four primary standards*) из высокочистого соединения с установленным содержанием основного компонента.

Благодарности

Выражаем благодарность Табатчиковой Татьяне Николаевне, ведущему инженеру ФГУП «УНИИМ», за предоставленные результаты измерений методом ICP MS.

Вклад соавторов

Мигаль П. В.: определение замысла и методологии статьи, анализ данных, сбор литературных данных, получение экспериментальных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом.

Медведевских С. В.: концепция и инициация исследования, методическая поддержка, критический анализ и доработка текста.

Фирсанов В. А.: методическая и математическая поддержка работ, описанных в статье.

Конфликт интересов

Один из авторов статьи является членом редакционной коллегии.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. База данных «Эталоны сравнения в виде высокочистых веществ». Уральский научно-исследовательский институт метрологии [сайт]. URL: https://uniim.ru/db_etalons_ref/
2. Медведевских С. В., Собина Е. П., Мигаль П. В., Горяева Л. И., Горбунова Е. М., Табатчикова Т. Н., Собина А. В., Фирсанов В. А., Медведевских М. Ю., Крашенинина М. П. К вопросу о применении чистых неорганических веществ в метрологии аналитических измерений // Стандартные образцы. 2014. № 3. С. 58–67.
3. Matschat R., Czerwensky M., Pattberg S., Heinrich H. J., Tutschku S. High Purity Metals as Primary Calibration Materials for Elemental Analysis-Their Importance and Their Certification // Materials transactions, 2002, vol. 43, Issue 2, pp. 90–97.
4. Kipphardt H., Matschat R., Vogl J., Gusarova T., Czerwensky M., Heinrich H. J., Hioki A., Konopelko L. A., Methven B., Miura T. et al. Purity determination as needed for the Realization of primary standards for elemental determination – status of international comparability // Accreditation and Quality Assurance, July 2010, no. 15, pp. 29–37.
5. Vogl J. et al. Establishing comparability and compatibility in the purity assessment of high purity zinc as demonstrated by the CCQM-P149 intercomparison// Metrologia, 2018. No 55, pp. 211–221.
6. Salit M. L., Turk G. C., Lindstrom A. P., Butler T. A., Beck II C. M., and Norman B. Single-Element Solution Comparisons with a High-Performance Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric Method // Anal. Chem., 2001, no. 73, pp. 4821–4829.
7. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
8. JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement.
9. Медведевских С. В., Фирсанов В. А. Определение интегрального содержания компонентов в веществах промышленных объемов при контроле, учете и мониторинге производства, образования отходов, выбросов и сбросов // Измерительная техника. 2018. № 2. С. 66–72.

REFERENCES

1. Database «Reference standards in the form of high-purity substances». Ural Research Institute for Metrology, Ekaterinburg. https://uniim.ru/db_etalons_ref/
2. Medvedevskih S. V., Sobina E. P., Migal P. V., Goryaeva L. I., Gorbunova E. M., Tabatchikova T. N., Sobina A. V., Firsanov V. A., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P. On the use of pure inorganic substances in metrology of analytical measurements. Reference materials. 2014;3:58–67 (In Russ).
3. Matschat R., Czerwensky M., Pattberg S., Heinrich H. J., Tutschku S. High purity metals as primary calibration materials for elemental analysis – their importance and their certification. Materials transactions. 2002;43(2):90–97. Doi:10.2320/matertrans.43.90.
4. Kipphardt H., Matschat R., Vogl J., Gusarova T., Czerwensky M., Heinrich H. J., Hioki A., Konopelko L. A., Methven B., Miura T. et al. Purity determination as needed for the realization of primary standards for elemental determination – status of international comparability. Accreditation and Quality Assurance. 2010;15(1):29–37. Doi:10.1007/s00769-009-0557-0.
5. Vogl J. et al. Establishing comparability and compatibility in the purity assessment of high purity zinc as demonstrated by the CCQM-P149 intercomparison. Metrologia 2018;55:211–221. Doi:10.1088/1681-7575/aaa677.
6. Salit M. L., Turk G. C., Lindstrom A. P., Butler T. A., Beck II C. M., Norman B. Single-element solution comparisons with a high-performance inductively coupled plasma optical emission spectrometric method. Anal. Chem. 2001;73:4821–4829. Doi:10.1021/ac0155097.
7. ISO Guide 35:2017 Reference materials – Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
8. JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement.
9. Medvedevskih S. V., Firsanov V. A. Determination of the integral content of the components of substances in the control, recording, and monitoring of production and generation of waste products in industrial quantities. Measurement Techniques 2018;61:182–191. Doi:10.1007/s11018-018-1407-4.



10. JCGM 101:2008. Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the «Guide to the expression of uncertainty in measurement» – Propagation of distributions using a Monte Carlo method.
11. Standard reference materials. Spectrometry, Single Element Standard Solutions: NIST [сайт]. URL: <https://www.nist.gov/srmors/viewTable.cfm?tableid=39>
12. NIST Special Publication 260–136: NIST [сайт]. URL: <https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/srm/SP260-136.PDF>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Мигаль Павел Вячеславович – заместитель заведующего лабораторией метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ». Российской Федерации, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: mig@uniim.ru.

Медведевских Сергей Викторович – канд. техн. наук, директор ФГУП «УНИИМ». Российской Федерации, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: lab241@uniim.ru
ORCID iD 0000-0003-3084-1612

Фирсанов Валерий Александрович – ведущий инженер ФГУП «УНИИМ»
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: firsanova@uniim.ru

10. JCGM 101:2008. Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the «Guide to the expression of uncertainty in measurement» – Propagation of distributions using a Monte Carlo method.
11. Standard reference materials. Spectrometry, Single Element Standard Solutions: NIST. <https://www.nist.gov/srmors/viewTable.cfm?tableid=39>
12. NIST NIST Special Publication 2000:260–136. <https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/srm/SP260-136.PDF>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Pavel V. Migal – deputy Head of the Laboratory 251 UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: mig@uniim.ru

Sergei V. Medvedevskikh – Ph. D. (Engineering), Director of UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: msv@uniim.ru
ORCID iD 0000-0003-3084-1612

Valery A. Firsanova – leading engineer of UNIIM. 4 Krasnoarmeyskaya st., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: firsanova@uniim.ru

