

PRIMARY STANDARDS FOR CHALLENGING ELEMENTS - JOINT RESEARCH PROJECT EMRP-SIB09

ETALOANE PRIMARE PENTRU ELEMENTE COMPETITIVE – PROIECT DE CERCETARE COMUN EMRP-SIB09

Heinrich KIPPHARDT¹, Detlef SCHIEL², Mike SARGENT³, Mirella BUZOIANU⁴, Luigi BERGAMASCHI⁵, Giancarlo D'AGOSTINO⁵, Paola FISICARO⁶, Laura GIORDANI⁶, Heidi GOENAGA-INFANTE³, Michal MÁRIÁSSY⁷, Silke RICHTER¹, Jochen VOGL¹

BAM BUNDESANSTALT FUER MATERIALFORSCHUNG UND-PRUEFUNG¹, PHYSIKALISCH-TECHNISCHE BUNDESANSTALT², LABORATORY OF THE GOVERNMENT CHEMIST Limited³, NATIONAL INSTITUTE OF METROLOGY⁴, ISTITUTO NAZIONALE DI RICERCA METROLOGICA⁵, LABORATOIRE NATIONAL DE MÉTROLOGIE ET D'ESSAIS⁶, SLOVENSKÝ METROLOGICKÝ ÚSTAV⁷

BAM INSTITUTUL FEDERAL PENTRU CERCETAREA ȘI ÎNCERCAREA MATERIALELOR¹, INSTITUTUL FEDERAL DE FIZICĂ TEHNICĂ², LABORATORUL GUVERNAMENTAL DE CHIMIE³, INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE⁴, INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE METROLOGICĂ⁵, LABORATORUL NAȚIONAL DE METROLOGIE ȘI DE ÎNCERCARE⁶, INSTITUTUL SLOVAC DE METROLOGIE⁷

Abstract: *Over the last decades, many discoveries have led to important changes in the measurement challenges. To accelerate innovation and competitiveness, to generate data and knowledge necessary to improve quality of life, and to provide better tools for the scientific community, an European Metrology Research Programme has been developed in 2009 with the aim to develop new measurement capabilities which have strategic impact for Europe. Within this frame, through European integration, there are financed complex joint research projects selected by a Research Council, projects that fulfill certain scientific and technical excellence criteria, relevant for the objectives of the programme and having potential impact through development. One of the joint research project selected in 2012 and coded EMRP-SIB09, within the 2011 Call 'SI Broader Scope', is focused on primary standards for challenging elements and general aspects on its objectives and intended outcomes are presented in the paper.*

Key words: *primary standard, elemental calibration solutions, metrology in chemistry, traceability*

Rezumat: *De-a lungul ultimelor decenii, multe descoperiri au condus la importante schimbări în abordarea provocărilor din fața măsurărilor. Pentru a accelera inovarea și competitivitatea, pentru a genera datele și cunoștințele necesare pentru a îmbunătăți calitatea vieții și, respectiv, pentru a furniza instrumente mai bune comunității științifice, în anul 2009, au fost puse bazele unui Program European de Cercetare Metrologică prin care să se dezvolte noi capacități de măsurare cu impact strategic pentru Europa. În acest cadrul, prin integrare europeană, sunt finanțate proiecte de cercetare complexe comune, selectate de un Consiliu Științific, care îndeplinesc criteriile de excelență științifică și tehnică, de relevanță pentru obiectivele programului și cu puternic impact. Unul din aceste proiecte de cercetare comună selectat în 2012, în cadrul Apelului 2011 "SI Broader Scope" și codificat EMRP-SIB09, este concentrat pe etaloane de măsurare primare pentru elemente provocatoare; aspecte generale și rezultate intenționate în acest proiect sunt prezentate în lucrare.*

Cuvinte cheie: *etalon primar, soluții de etalonare elementale, metrologie în chimie, trasabilitate*

1. INTRODUCTION

Metrology, widely recognized as an important field of knowledge that underpins the economic development, is defined as the science of measurement and its application [1]. Accordingly, it covers the

1. INTRODUCERE

Metrologia, larg recunoscută ca domeniu important al cunoașterii care sprijină dezvoltarea economică, este definită ca știință a măsurării și a aplicațiilor sale [1]. Corespunzător, ea acoperă

definition of internationally accepted units of measurement, their realization by scientific methods and the establishment of traceability chains by determining and documenting the value and accuracy of a measurement and disseminating that knowledge [2].

The latest adopted main unit of measurement in the International System of Units (SI), by the 3rd Resolution of the 14th General Conference on Weights and Measures was the mole - unit of amount of substance. The complex aspects related to the metrology of the mole have further been included in the concept of "metrology in chemistry" continuously developed since 1995 [3]. A complete metrological traceability system for measurement results of chemical analysis was set up. Core components are pure substances (national standards) characterized at the highest metrological level, primary solutions prepared from these pure substances and secondary solutions deduced from the primary solutions and intended for sale [4]. To characterize at the highest metrological level, primary measurement methods were defined and a number of chemical measurement methods that meet the criteria to be accepted as such have been identified, by convention [5].

Elemental solutions with a nominal mass concentration of 1 g/L are used in almost every chemical laboratory for the calibration of analytical measurement methods. Due to the complexity and effort involved in their characterization, there are hardly any validated primary standards in this field. This challenge is overcome by national research and development projects conducted locally in member states of Europe and by joint research projects performed within the EMRP topic on 'SI broader scope'. Such a joint research project, entitled 'Primary standards for challenging elements' was proposed for the call in 2011, then accepted by the Research Council and, finally, contracted in 2012. In the present paper it is intended the wider dissemination of the aim and the expected outcomes of the project that add value to the present state of the art.

2. EUROPEAN METROLOGY RESEARCH PROGRAMME

The European Metrology Research Programme (EMRP) was adopted by the 912/2009/EC Decision of September 16, 2009 of the European Parliament and the Council and it is performed jointly by 22 states: Belgium, the Czech Republic, Denmark, Germany, Estonia, Spain, France, Italy, Hungary, the Netherlands, Austria, Poland, Portugal, Romania, Slovenia, Slovakia, Finland, Sweden and the United Kingdom, as well as Norway, Switzerland and Turkey.

The long-term programme, for high quality joint R&D amongst the metrology community in Europe, is structured on two axes: applied and fundamental

definirea unităților de măsură, acceptate internațional, realizarea acestora prin metode științifice precum și stabilirea lanțurilor de trasabilitate, determinând și documentând valoarea și exactitatea de măsurare și diseminarea acestei cunoștințe [2].

Cea mai recentă unitate de măsură fundamentală a Sistemului Internațional de Unități (SI), adoptată prin Rezoluția a 3-a a celei de-a 14 Conferință Generală pentru Măsuri și Greutăți, a fost molul - unitatea de cantitate de substanță. Aspectele complexe ale metrologiei molului au fost mai departe incluse în conceptul de „metrologie în chimie”, dezvoltat continuu din anul 1995 [3]. A fost stabilit un sistem complet de trasabilitate metrologică pentru rezultatele măsurărilor obținute în analize chimice. Componentele esențiale sunt substanțele pure (etalioane naționale), caracterizate la cel mai înalt nivel metrologic, soluții primare realizate din aceste substanțe pure și soluții secundare obținute din soluții primare și intenționate pentru comercializare [4]. Pentru caracterizare la cel mai înalt nivel metrologic au fost definite metode primare și, prin convenție [5], au fost identificate un număr de metode de măsurare chimice care îndeplinesc criteriile pentru a fi desemnate ca atare.

Soluțiile elementale cu valoarea nominală de concentrație masică de 1 g/L sunt utilizate în aproape toate laboratoarele de chimie pentru etalonarea metodelor de măsurare analitice. Datorită complexității și efortului necesar pentru caracterizarea lor, etaloanele de măsurare primare validate sunt limitate în acest domeniu. Această provocare este depășită prin proiecte de cercetare-dezvoltare naționale dezvoltate în state membre europene și prin proiecte de cercetare comune efectuate în cadrul EMRP în domeniul „Extinderea domeniului de aplicare al SI”. Un astfel de proiect de cercetare comun, intitulat „Etaloane de măsurare primare pentru elemente competitive” a fost propus pentru apelul din anul 2011, acceptat de Consiliul Științific și contractat în 2012. În cadrul prezentului articol se intenționează largă diseminare a obiectivelor proiectului și a rezultatelor preconizate, care să aducă valoare adăugată stadiului actual al problematicii.

2. PROGRAMUL EUROPEAN DE CERCETARE METROLOGICĂ

Programului European de Cercetare în Metrologie (EMRP) a fost adoptat prin decizia 912/2009/EC din 16.09.2009 a Parlamentului European și a Consiliului și se derulează în comun de 22 state: Belgia, Cehia, Danemarca, Germania, Estonia, Spania, Franța, Italia, Ungaria, Olanda, Austria, Polonia, Portugalia, România, Slovenia, Finlanda, Suedia și Marea Britanie precum și Norvegia, Elveția și Turcia.

Programul pe termen lung, pentru C&D de înaltă calitate, efectuată în comun de comunitatea metrologică din Europa, este structurat pe două axe: metrologie fundamentală și aplicată și, respectiv,

metrology and multidisciplinary research in metrology to solve great challenges raised by the measurements needed to be performed in health, environment, energy and in new technologies. Complex Joint Research Projects (JRPs) and mobility grants (Early Stage Research Grants, Research Mobility Grants and Excellence Research Grants) are financially supported by this Programme.

The activities of the EMRP include five main topics [6]:

1. Activities linked to networking and coordination of the national research and development programmes and activities for measurement that continue to be conducted at a national level outside of the core EMRP joint programme;

2. Activities related to the joint programme as delivered by the National Metrology Institutes (NMI), and the institutes designated by them, namely research and technological development in measurement science;

3. Additional activities of research and technological development in fundamental and underpinning measurement science and of knowledge transfer supporting activities, respectively;

4. Capacity building activities embracing excellence in science;

5. Activities related to the visibility, governance and management of the joint program.

First stage of the programme, launched in 2007 and financially supported by the European Commission within the Framework seven (via ERA NET Plus) approached at topics falling in four main domains: International System and Fundamental Metrology, Health, Length and Electricity and Magnetism, respectively.

The second stage of the Programme, initiated in 2009 and supported by the European Commission through Article 169 of the European Treaty, has launched up to now four calls oriented towards the following topics: Energy (2009); Industry and Environment (2010); Health, SI broader scope & New Technologies (2011); Industry, SI broader scope & Open Excellence (2012).

Thus, in 2009-2012 period of time, 65 funded Joint Research Projects (JRP) contracts of 190 M€ were concluded. Also, several grants of 22 M€ have been given during this time.

Starting 2014, the EMRP is about to go in a new stage through the European Metrology Programme for Research and Innovation (EMPIR), after approval by the European Parliament and the Council.

3. JOINT RESEARCH PROJECT EMRP-SIB09 “Elements”

3.1 Traceability system for elemental analysis

cercetare multi-disciplinară în metrologie pentru rezolvarea marilor provocări ridicate de măsurările care trebuie efectuate în sănătate, mediu, energie și în domeniul noilor tehnologii. Prin program se asigură finanțarea de proiecte de cercetare complexe - Joint Research Projects (JRP) precum și burse de mobilitate (Early Stage Research Grants, Research Mobility Grants și Excellence Research Grants).

Activitățile EMRP includ cinci aspecte principale [6]:

1. Activități legate de conectare și coordonare a programelor naționale de cercetare și dezvoltare și a activităților pentru măsurare, care să continue a fi efectuate la nivel național în afara nucleului programului comun EMRP;

2. Activități de cercetare și dezvoltare tehnologică în știința măsurării, specifice programelor comune efectuate de către Institutele de Metrologie naționale și Institutele Desemnate de acestea;

3. Activități suplimentare de cercetare și dezvoltare tehnologică în știința măsurării fundamentale și aplicată precum și activități suport de transfer tehnologic de cunoștințe;

4. Activități de consolidare a capacităților care cuprind excelența;

5. Activități legate de vizibilitate, guvernare și managementul programului comun.

Prima fază a programului, lansată în anul 2007 și susținută financiar de Comisia Europeană prin Programul Cadru 7 (ERA NET Plus), a abordat tematici incluse în 4 domenii majore: Sistemul Internațional și Metrologia fundamentală, Metrologia pentru Sănătate, Lungimi și, respectiv, Electricitate și magnetism.

A doua fază a programului, inițiată în anul 2009 și susținută financiar de Comisia Europeană pe baza Articolului 169 al Tratatului Uniunii Europene, a lansat până în prezent 4 Apeluri orientate pe tematica: Energie (2009); Industrie și Mediu (2010); Sănătate, Extinderea domeniului de aplicare al SI și Noi Tehnologii (2011); Industrie, Extinderea domeniului de aplicare al SI și Excelența (2012).

Astfel, în perioada 2009-2012, au fost încheiate 65 contracte de finanțare pentru Proiecte de Cercetare Comune (JRP), în valoare totală de 190 M€. De asemenea, au fost acordate granturi în valoare de 22 M€.

Din anul 2014 programul EMRP urmează să intre într-o nouă fază prin Programul European de Cercetare și Inovare în Metrologie (EMPIR) după aprobarea Comisiei și a Consiliului.

3. PROIECT DE CERCETARE COMUN EMRP-SIB09 „Elemente”

3.1 Sistem de trasabilitate pentru analize elementale

As defined in [1], the metrological traceability is the property of a measurement result whereby the result can be related to a reference through a documented unbroken chain of calibrations, each contributing to the measurement uncertainty.

Note that, for this definition, a 'reference' can be a definition of a measurement unit through its practical realization, or a measurement procedure including the measurement unit for a non-ordinal quantity, or a measurement standard.

An example of metrological traceability and a dissemination chain for elemental analysis realized in Germany is described in [7]. In principle, the link-up of the calibration solutions to the SI is possible both by measuring the element content with the aid of a primary method of measurement (which does not require calibration with a reference solution of the same element) or by gravimetrically preparing reference solutions directly from pure substances with exact known purity. Unfortunately, primary methods of measurement having the accuracy and selectivity required are currently not available. Therefore, a system of primary pure substances representing the SI unit seems to be the most promising [4]. There are currently only a few NMIs (e.g. CENAM from Mexico, NIST from the USA, NRC from Canada, PTB and BAM from Germany) that run a formal programme for establishing primary standards for elemental determination. Whilst there are many CMC entries for calibration solutions in the KCDB, in 2011 there were no CMCs for the underlying high purity materials with demonstrated total purity with the exception of 10 entries from BAM. What the NMIs actually use as primary standards is not very transparent even at the state of the art. Usually it is based on incompletely characterized materials, where the characterization of such materials is often restricted to impurities that are easy to determine and this situation could lead to a severe distortion in the measurement system. Note that aspects regarding purity determination to realize primary standards for elemental analysis are presented in [8-10]. Aspects regarding the application of primary chemical methods are given for instance in [11-12].

Dissemination to the analytical laboratories can occur directly or indirectly by means of secondary standards that are linked up to the national standards by the NMIs. Calibration laboratories can receive transfer solutions, prepared by the NMIs, for the calibration of their own measurements, for certification of the calibration solutions which will be put up for sale for the end users. The validation of the measurement procedures used in the calibration laboratories is performed by means of comparison measurements with the NMIs. Outcomes of such a work are presented in [4].

The demand for a traceability system for elemental measurements covers the large number of frequently

Prin definiție [1], trasabilitatea metrologică este proprietatea unui rezultat al măsurării prin care acesta poate fi raportat la o referință printr-un lanț neîntrerupt și documentat de etalonări, fiecare contribuind la incertitudinea de măsurare.

De notat că, pentru această definiție, o „referință” poate fi o definiție a unității de măsură prin realizarea sa practică, sau o procedură de măsurare incluzând unitatea de măsură pentru o mărime ne-ordinală, sau un etalon de măsurare.

Un exemplu de trasabilitate metrologică și un lanț de diseminare pentru analizele elementale, realizat în Germania, este descris în [7]. Principial, soluțiile elementale de etalonare se pot racorda la sistemul SI, fie prin măsurarea conținutului de element cu ajutorul unei metode primare de măsurare (care nu necesită etalonare cu o soluție de referință din același element), sau preparând gravimetric soluții de referință direct din substanțe pure, având puritatea exact cunoscută. Din nefericire, metode primare de măsurare având exactitatea și sensibilitatea necesară nu sunt disponibile în mod uzual. Prin urmare, un sistem de substanțe pure primare care reprezintă unitatea SI pare a fi cea mai promițătoare abordare [4]. În prezent, există doar câteva INM-uri (ca de exemplu CENAM din Mexic, NIST din S.U.A, NRC din Canada, PTB și BAM din Germania) care operează un program formal pentru stabilirea de etaloane primare de măsurare pentru determinări elementale. Deși, în baza de date a BIPM, KCDB, în 2011, sunt publicate multe Capabilități de Etalonare și Măsurare (CMC) pentru soluții elementale, doar 10 capabilități ale BAM există în aceeași bază de date pentru materiale de înaltă puritate. Ceea ce se utilizează în practică de către INM-urile drept etaloane de măsurare primare nu este suficient de transparent chiar la nivel de dezvoltare. De obicei, acestea se bazează pe materiale caracterizate incomplet, în care caracterizarea este deseori limitată la acele impurități care sunt ușor de determinat, iar această situație ar putea conduce la o severă distorsionare a sistemului de măsurare. De notat că, aspecte privind determinarea purității pentru realizarea etaloanelor de măsurare primare pentru analize elementale sunt prezentate în [8-10]. Aspecte privind aplicarea metodelor primare de măsurare chimice sunt prezentate, de exemplu, în [11-12].

Diseminarea la laboratoarele analitice se poate realiza direct sau indirect prin intermediul etaloanelor secundare care sunt racordate la etaloane naționale de măsurare de către INM-uri. Laboratoarele de etalonare pot primi soluții etalon de transfer realizate de către INM-uri pentru etalonarea propriilor măsurări, pentru certificarea soluțiilor de etalonare care urmează să se comercializeze utilizatorilor finali. Validarea procedurilor de măsurare utilizate în acest scop este realizată prin măsurări comparative cu INM. Rezultate ale unei astfel activități sunt prezentate în [4].

Necesitatea pentru un sistem de trasabilitate pentru măsurările elementale acoperă numărul mare de elemente

measured elements (about 60) and furthermore requires universal and rational strategies for the development of primary standards for element determination to support healthcare, diagnostic tests, environmental monitoring, material assay, product development and safety. Examples of critical elements that need a traceability to the SI to be properly established are: Mg, one of the most frequently measured analytes in clinical chemistry and also of great importance, as the Al, for industry for use as lightweight construction materials in car and plane construction, Zn, with interesting prospects for energy production via the reduction of water or the use of $ZnBr_2$ for high density energy storage, Rh an important noble metal widely used in chemical catalysis and in car catalysts, Mo that has a huge variety of technical applications, its use ranges from an alloying element for the hardening of steel, an important constituent in alloys for space and aeronautic applications, to a contact material in microelectronics and thin film solar cells.

Solving some of these issues can only be achieved by coordinated activities performed within different NMIs, scientific research and technological development in the frame of the Joint Research Project EMRP-SIB09 'Primary standards for challenging elements'.

3.2 SIB 09 - consortium and objectives

The Joint Research Project EMRP-SIB09, entitled 'Primary standards for challenging elements' aims to provide the technical basis to address the lack of primary standards for elemental determination in a sustainable way within the scope of the worldwide activity of the NMIs operating in parallel to the JRP.

The consortium built in the frame of the project includes 6 NMIs and 3 Designated Institutes, i.e:

- BAM - Bundesanstalt fuer Materialforschung und -pruefung of Germany;
- INM - Institutul Național de Metrologie of Romania;
- INRIM - Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica of Italy;
- LGC Limited, from United Kingdom;
- LNE - Laboratoire national de métrologie et d'essais of France;
- PTB - Physikalisch-Technische Bundesanstalt of Germany;
- SMU - Slovenský metrologický ústav;
- CENAM - Centro Nacional de Metrologia of Mexico;
- EXHM - National Laboratory of Chemical Metrology of Greece.

The first seven of the above mentioned partners are funded by the European Commission. The BAM is the coordinating organization of the consortium and Dr. Heinrich Kipphardt with the BAM is the JRP-

chimice frecvent măsurate (aproximativ 60) și, mai departe, impune strategii raționale și acoperitoare pentru dezvoltarea de etaloane primare pentru determinarea unui element în asistență medicală, diagnosticare, monitorizarea mediului, încercarea materialelor, dezvoltarea produselor industriale și siguranță. Exemple de elemente critice, pentru care este necesar să se stabilească trasabilitatea la SI adecvată sunt: Mg - unul din cei mai frecvenți analiți mășurați în chimia clinică și de mare importanță, alături de Al, pentru industrie, pentru utilizare ca material de construcție ușor în producția de automobile și de avioane, Zn - care are perspective interesante pentru producția de energie prin reducerea apei sau utilizarea de $ZnBr_2$ pentru stocarea energiei, Rh - un metal nobil, important, larg utilizat în catalizatori chimici și în catalizatori auto, Mo - care are o foarte mare varietate de aplicații tehnice, de exemplu, element de aliere pentru oțel, constituent important pentru aliaje utilizate în aplicații spațiale și aeronautice, material de contact în microelectronică și filme subțiri din celule solare.

Rezolvarea unor din aceste probleme poate fi asigurată prin coordonarea activităților desfășurate în diferite INM-uri, cercetare științifică și dezvoltare tehnologică în cadrul Proiectului de Cercetare Comun EMRP-SIB09 „Etaloane primare pentru elemente competitive”.

3.2 SIB09 - consorțiu și obiective

Proiectul de Cercetare Științifică Comun EMRP-SIB09 denumit „Etaloane primare pentru elemente competitive” are ca obiectiv furnizarea bazei tehnice pentru a aborda lipsa de etaloane de măsurare primare în determinări de elemente, într-un mod sustenabil și în contextul activității mondiale a INM-urilor care conlucrează în acest proiect.

Consoțiul de realizare a proiectului include 6 INM-uri partenere și 3 Institute Desemnate, respectiv:

- BAM - Institutul Federal pentru Cercetarea și Încercarea Materialelor din Germania;
- INM - Institutul Național de Metrologie din România;
- INRIM - Institutul Național de Cercetare Metrologică din Italia;
- Laboratorul Guvernamental de Chimie din UK;
- LNE - Laboratorul Național de Metrologie și de Încercare din Franța;
- PTB - Institutul Federal de Fizică Tehnică din Germania;
- SMU - Institutul Slovac de Metrologie;
- CENAM - Centrul Național de Metrologie din Mexic;
- EXHM - Laboratorul Național de Metrologie Chimică din Grecia.

Primii șapte, din partenerii mai sus menționați, sunt finanțați de Comisia Europeană. BAM este organizația coordonatoare a consorțiului și Dr. Heinrich Kipphardt de la BAM este director de

Coordinator.

All partners, in accordance with their demonstrated expertise will develop robust procedures, which encompass the methodology for realising primary standards fit for purpose for most of the challenging elements frequently used in elemental analysis, and apply them for selected elements (Mg, Zn, Mo and Rh plus additionally Al). The elements selected are representatives for a group of elements with similar behaviour and it is therefore anticipated that the methods and approaches developed in the JRP will be applicable beyond the elements specifically addressed in the project.

Procedures for purity analysis of metallic and non-metallic impurities in high purity materials will be developed in a work package with focus on efficient methods and challenges in non-metal determination.

Procedures for matrix investigations, involving direct determination of the main components (as a universal approach), purification to establish blank materials (= material of a higher purity than the sample to be analysed), measurement of the isotopic composition and the development of efficient methods for dealing with isotopic composition are also intended to be developed.

The JRP will provide an efficient methodology for the realisation of validated primary standards for element determination of challenging elements (Mg, Zn and Mo), which is currently lacking.

The dissemination of the primary standards through loss free decomposition, linking two solutions of similar composition and linking a solution to a solid material directly with small uncertainty is intended to be achieved within another work package.

To maximise the impact of the JRP it is intended to ensure effective links to stakeholders by adequate dissemination and feedback from them.

4. CONCLUSIONS

The lack of comparability of measurement results in time and space has a direct impact on life quality whenever measurement results are compared with other data.

The European Metrology Research programme provides the appropriate frame to enable the outcome of the JRPs to reach beyond the metrological community.

The JRP EMRP-SIB09 aims to provide the technical basis for resolving the lack of primary standards for element determination in a sustainable way.

Practical work of the JRP is based on three pillars: the development of procedures for purity analysis, matrix investigations and dissemination of the primary standards with small uncertainty.

The EMRP is jointly funded by the EMRP participating countries within EURAMET and the

project.

Toți partenerii, în acord cu expertiza demonstrată vor dezvolta, în cadrul proiectului, proceduri robuste, care cuprind metodologii pentru realizarea de etaloane de măsurare primare adecvate la scop pentru majoritatea elementelor competitive utilizate în analiza elementală și care se vor aplica pentru elementele chimice selectate (Mg, Yn, Mo și Rh, plus Al). Elementele selectate sunt reprezentative pentru un grup de alte elemente care se comportă similar și, astfel, se anticipează că metodele particulare abordate vor fi aplicabile dincolo de acele elemente particulare nominalizate în proiect.

Vor fi dezvoltate proceduri pentru analiza purității, adică de măsurare de impurități metalice și nemetalice prezente în materiale de înaltă puritate, în cadrul unui pachet de activități, concentrat pe metode de măsurare eficiente și determinări competitive de nemetale.

Se intenționează, de asemenea, dezvoltarea de proceduri pentru investigarea matricei, ceea ce implică determinarea directă a componentelor principale (ca abordare generală), purificarea pentru a stabili materiale de concentrație zero (adică materiale cu o puritate mai bună decât cea a eșantioanelor de analizat), măsurarea de compoziții izotopice și dezvoltarea de metode eficiente care să trateze compoziția izotopică.

Prin proiect se va pune la dispoziție o metodologie validată, eficientă pentru realizarea de etaloane de măsurare primare pentru analiza elementală a elemente competitive (Mg, Zn și Mo), care nu există în prezent.

În cadrul unui alt pachet de activități se urmărește diseminarea etaloanelor primare, prin dizolvare completă, racordând două soluții cu compoziție similară și racordând direct o soluție la un material solid cu o incertitudine mică.

Pentru maximizarea impactului proiectului se intenționează asigurarea unei relaționări eficiente cu factorii interesați prin diseminare și feed-back.

4. CONCLUZII

Lipsa comparabilității rezultatelor măsurării în timp și în spațiu are impact direct asupra calității vieții ori de câte ori ce compară între ele rezultate ale măsurărilor.

Programul European de Cercetare Metrologică oferă cadrul adecvat pentru ca rezultatele cercetărilor obținute în JRP-uri să fie diseminate în afara comunității metrologice.

Proiectul JRP EMRP-SIB09 intenționează să furnizeze baza tehnică pentru rezolvarea sustenabilă a lipsei de etaloane primare pentru determinări elementale.

Activitatea practică din JRP se batează pe trei piloni: dezvoltarea de proceduri pentru analiza purității, investigarea matricei și diseminarea etaloanelor primare cu incertitudine mică.

EMRP este finanțat în comun de țările participante în program în cadrul EURAMET e.V (Asociația Europeană a

REFERENCES

- [1] International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008;
- [2] Metrologia în scurt, a 3-a ediție, 2008;
- [3] www.bipm.org/en/committees/cc/ccqm/;
- [4] H.Kipphardt, R.Matschat, O.Rienitz, D.Schiel, W.Gernand, D.Oeter, Traceability system for elemental analysis, Accred. Qual. Assur. 10 (2006), 633-639;
- [5] *Comité Consultatif pour la Quantité de Matière*, 1st meeting (1995), 1995;
- [6] EMRP Outline 2008;
- [7] D. Schiel, O. Rienitz, R. Jährling, B.Güttler, R.Matschat, H.Scharf, J. Birkhahn, G. Labarraque, P.Fiscaro, U.Borchers, D.Schwesig, Metrological concept for comparable measurement results under the European water framework directive: demonstration of its applicability in elemental analysis, Accred Qual Assur (2011), 16:489-498;
- [8] H. Kipphardt, R. Matschat, J. Vogl, T. Gusarova, M. Czerwensky, H.-J. Heinrich, A. Hioki, L.A. Konopelko, B. Methven, T. Miura, O. Petersen, G. Riebe, R. Sturgeon, G. Turk, L. Yu, Purity determination as needed for the realisation of primary standards for elemental determination - status of international comparability, Accred. Qual. Assur. (2010) 15:29-37;
- [9] H. Kipphardt, R. Matschat: 'Purity assessment for providing primary standards for element determination - a snap shot of international comparability', Mikrochim. Acta (2008) 162:269-276;
- [10] F. Groppi, E. Persico, E. Quartapelle, M. Gallorini, L. Bergamaschi, M. C. Cantone Determination of chemical purity and specific activity of 177g,mLuCl₃ by INAA and ET-AAS, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, (2008), Vol. 278, (3) pp. 595–598;
- [11] R.Hearn, P.Evans, M.Sargent, Development of a high ratio isotope dilution mass spectrometry calibration technique for chemical metrology, J. Anal. At. Spectrom., (2005), 20:1019-1023;
- [12] M. Máriássy, L. Vyskočil, A. Mathiasová: Link to the SI via primary direct methods, Accred. Qual. Assur. (2000), 5:437-440.

Revizia științifică a articolului:

I.M.POPESCU, prof. univ. doctor, U.P.B, e-mail: imp@physics.pub.ro

About the authors:

Heinrich KIPPHARDT, Doctor rer. nat., BAM, Division "Inorganic Trace Analysis", JRP coordinator,

BIBLIGRAFIE

- [1] International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008;
- [2] Metrologia în scurt, a 3-a ediție, 2008;
- [3] www.bipm.org/en/committees/cc/ccqm/;
- [4] H.Kipphardt, R.Matschat, O.Rienitz, D.Schiel, W.Gernand, D.Oeter, Traceability system for elemental analysis, Accred. Qual. Assur. 10 (2006), 633-639;
- [5] *Comité Consultatif pour la Quantité de Matière*, 1st meeting (1995), 1995;
- [6] EMRP Outline 2008;
- [7] D. Schiel, O. Rienitz, R. Jährling, B.Güttler, R.Matschat, H.Scharf, J. Birkhahn, G. Labarraque, P.Fiscaro, U.Borchers, D.Schwesig, Metrological concept for comparable measurement results under the European water framework directive: demonstration of its applicability in elemental analysis, Accred Qual Assur (2011), 16:489-498;
- [8] H. Kipphardt, R. Matschat, J. Vogl, T. Gusarova, M. Czerwensky, H.-J. Heinrich, A. Hioki, L.A. Konopelko, B. Methven, T. Miura, O. Petersen, G. Riebe, R. Sturgeon, G. Turk, L. Yu, Purity determination as needed for the realisation of primary standards for elemental determination - status of international comparability, Accred. Qual. Assur. (2010) 15:29-37;
- [9] H. Kipphardt, R. Matschat: 'Purity assessment for providing primary standards for element determination - a snap shot of international comparability', Mikrochim. Acta (2008) 162:269-276;
- [10] F. Groppi, E. Persico, E. Quartapelle, M. Gallorini, L. Bergamaschi, M. C. Cantone Determination of chemical purity and specific activity of 177g,mLuCl₃ by INAA and ET-AAS, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, (2008), Vol. 278, (3) pp. 595–598;
- [11] R.Hearn, P.Evans, M.Sargent, Development of a high ratio isotope dilution mass spectrometry calibration technique for chemical metrology, J. Anal. At. Spectrom., (2005), 20:1019-1023;
- [12] M. Máriássy, L. Vyskočil, A. Mathiasová: Link to the SI via primary direct methods, Accred. Qual. Assur. (2000), 5:437-440.

Scientific revue:

I.M.POPESCU, prof.univ.doctor, U.P.B, e-mail: imp@physics.pub.ro

Despre autori:

Heinrich KIPPHARDT, Doctor rer. nat., BAM, Divizia "Inorganic Trace Analysis", coordonator JRP,

e-mail: Heinrich.Kipphardt@bam.de;

Detlef SCHIEL, Doctor, PTB, Head of WG Inorganic Analysis, JRP WP3 and WP4 leader, email: detlef.schiel@ptb.de

Mike SARGENT, Doctor, CCQM IAWG chair, JPR WP2 leader, email: ms@lgc.co.uk

Mirella BUZOIANU, doctor, cercetător științific gradul I, director al INM, e-mail: mirella.buzoianu@inm.ro

Luigi BERGAMASCHI, L'Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), Universita' degli Studi - Dip. Chimica Generale, email: l.bergamaschi@inrim.it

Giancarlo D'AGOSTINO, L'Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), Universita' degli Studi - Dip. Chimica Generale, email: g.dagostino@inrim.it;

Paola FISICARO, Doctor, TC METCHEM IAWG chair, Laboratoire National de Métrologie et D'essais, email : paola.fisicaro@lne.fr;

Laura GIORDANI, L'Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRIM), Universita' degli Studi - Dip. Chimica Generale, email: l.giordani@inrim.it;

Heidi GOENAGA-INFANTE, Doctor, Principal Scientist, Team Leader Inorganic Analysis, email: Heidi.Goenaga-Infante@lgc.co.uk;

Michal MÁRIÁSSY, doctor, CCQM EAWG chair, Slovenský metrologický ústav, Electrochemistry laboratory, email: mariassy@smu.gov.sk;

Silke RICHTER, Doctor, BAM, Division "Inorganic Trace Analysis" Department „Analytical Chemistry; Reference Materials“, email: silke.richter@bam.de;

Jochen VOGL, Doctor rer. nat, BAM, Division "Inorganic Trace Analysis" Department „Analytical Chemistry; Reference Materials“, email: jochen.vogl@bam.de

e-mail: Heinrich.Kipphardt@bam.de;

Detlef SCHIEL, Doctor, Șeful GL Inorganic Analysis, conducător al JRP WP3 și WP4, email: detlef.schiel@ptb.de

Mike SARGENT, Doctor, președinte CCQM IAWG, conducător al JPR WP2, email: ms@lgc.co.uk

Mirella BUZOIANU, doctor, scientific researcher 1st degree director of INM, e-mail: mirella.buzoianu@inm.ro

Luigi BERGAMASCHI, Institutul Național de Cercetare Metrologică (INRIM), Universitatea de Studii - Dep. Chimie Generală, email: l.bergamaschi@inrim.it

Giancarlo D'AGOSTINO, Institutul Național de Cercetare Metrologică (INRIM), Universitatea de Studii - Dep. Chimie Generală, email: g.dagostino@inrim.it;

Paola FISICARO, Doctor, președinte CT METCHEM IAWG, Laboratorul Național de Metrologie și Încercare, email : paola.fisicaro@lne.fr;

Laura GIORDANI, Institutul Național de Cercetare Metrologică (INRIM), Universitatea de Studii - Dep. Chimie Generală, email: l.giordani@inrim.it;

Heidi GOENAGA-INFANTE, Doctor, Cercetător Principal, șef colectiv Inorganic Analysis, email: Heidi.Goenaga-Infante@lgc.co.uk;

Michal MÁRIÁSSY, doctor, președinte CCQM EAWG, Institutul Slovac de Metrologie, laboratorul Electrochimie, email: mariassy@smu.gov.sk;

Silke RICHTER, Doctor, BAM, Divizia "Inorganic Trace Analysis" Department „Analytical Chemistry; Reference Materials“, email: silke.richter@bam.de;

Jochen VOGL, Doctor rer. nat, BAM, Divizia "Inorganic Trace Analysis" Department „Analytical Chemistry; Reference Materials“, email: jochen.vogl@bam.de