DOI: 10.20915/2077-1177-2018-15-3-23-32 УДК 006.82:53.089.68:543.4

РАЗРАБОТКА ГОСУДАРСТВЕННЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ВОДНЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ АЛЮМИНИЯ, ИНДИЯ, МАГНИЯ, НИКЕЛЯ И ТИТАНА

®Я.И.Ермакова, А.В.Иванов, И.Н.Зябликова, А.Н. Шобина

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ»), г. Москва, Российская Федерация e-mail: vniiofi@vniiofi.ru

Поступила в редакцию – 01 июня 2019 г., после доработки – 20 июня 2019 г. Принята к публикации – 20 июня 2019 г.

Авторами статьи приведена информация по разработке и утверждению типов государственных стандартных образцов состава водных растворов ионов алюминия, индия, магния, никеля и титана.

Стандартные образцы представляют собой водные растворы состава ионов алюминия, индия, магния, никеля и титана, упакованные в стеклянные ампулы вместимостью 5, 10, 25 см³ и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 и 250 см³. Аттестованное значение массовой концентрации металлов устанавливалось по методике приготовления.

Аттестованное значение массовой концентрации ионов металлов стандартных образцов лежит в интервале 0.95-1.06 г/дм³. Относительная расширенная неопределенность (при $\kappa=2$) аттестованного значения массовой концентрации не превышает 0.8%, относительная стандартная неопределенность от нестабильности не превышает 0.069%. Срок годности стандартных образцов составляет 3 года при соблюдении условий хранения.

Разработанные стандартные образцы внесены Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов под номерами ГСО 11122–2018, ГСО 11123–2018, ГСО 11124–2018, ГСО 11125–2018 и ГСО 11126–2018. Стандартные образцы производства ФГУП «ВНИИОФИ» имеют расширенную неопределенность, сопоставимую со стандартными образцами мировых лидеров в производстве аналогичных материалов.

Ключевые слова: стандартный образец, спектральные методы, ГЭТ 196-2015, государственный первичный эталон, алюминий, никель, магний, титан, индий, химический анализ

For citation:

Ссылка при цитировании:

Ермакова Я. И., Иванов А. В., Зябликова И. Н., Шобина А. Н. Разработка государственных стандартных образцов в области физико-химического анализа. стандартные образцы состава водных растворов ионов алюминия, индия, магния, никеля и титана // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 3. С. 23—32. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-23-32.

Ermakova I. I., Ivanov A. V., Zyablikova I. N., Shobina A. N. Development of certified reference materials for physicochemical analysis. Certified reference solutions for the composition of aqueous aluminum, indium, magnesium, nickel and titanium. Reference materials. 2019; 15(3): 23–32. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-23-32 (In Russ.).

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-15-3-23-32

DEVELOPMENT OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS FOR PHYSICOCHEMICAL ANALYSIS. CERTIFIED REFERENCE SOLUTIONS FOR THE COMPOSITION OF AQUEOUS ALUMINUM, INDIUM, MAGNESIUM, NICKEL AND TITANIUM

Ianina I. Ermakova, Alexander V. Ivanov, Irina N. Zyablikova, Anna N. Shobina

The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI),

Moscow, Russian Federation
e-mail: Ermakova@vniiofi.ru

Received – 01 June, 2019; Revised – 20 June, 2019 Accepted for publication – 20 June, 2019

This paper presents information on the development and certification of reference materials (CRM) for the composition of aqueous aluminium, indium, magnesium, nickel, and titanium solutions.

CRMs are represented by aqueous solutions containing aluminium, indium, magnesium, nickel, and titanium ions. CRMs have been packed into 5, 10 and 25 cm³ glass ampoules, as well as into 50 and 250 cm³ polypropylene vessels. The certified values of metal mass concentrations were established according to the preparation method.

The certified value of the mass concentration of metal ions in the CRMs under study is found to vary within the range of $0.95-1.06~\rm g/dm^3$. Both the relative expanded uncertainty (under k=2) of the certified mass concentration and the relative standard uncertainty due to instability do not exceed the values of 0.8% and 0.069%, respectively. The developed CRMs are shown to have the shelf life of 3 years provided that standard storage conditions are ensured. The developed CRMs are included into the RF State Register of Certified Reference Materials under the following numbers: CRM 11122–2018, CRM 11123–2018, CRM 11124–2018, CRM 11125–2018, and CRM 11126–2018. The CRMs produced by the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI) are characterized by the values of expanded uncertainty comparable to those of world leaders in the production of similar materials.

Keywords: reference material, spectral methods, GET 196-2015, state primary standard, aluminium, nickel, magnesium, titanium, indium, chemical analysis

Используемые в статье сокращения

ICP-OE – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

ICP-MS — масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

ГСО – государственный стандартный образец

СО – стандартный образец

НИР – научно-исследовательская работа

Abbreviations used in the article

$$\label{localization} \begin{split} & \text{ICP-OE-inductively coupled plasma atomic emission} \\ & \text{spectrometry} \end{split}$$

ICP-MS – inductively coupled plasma mass spectrometry

CRM – certified reference materials

RM - reference materials

R&D – scientific and research developments

Введение

Стандартные образцы состава растворов ионов металлов предназначены для определения соответствующих ионов в воде, почве, атмосферном воздухе, биологических средах, объектах окружающей среды, пищевых продуктах, технической и химической продукции фотометрическими, спектрофотометрическими, атомно-абсорбционными, ICP-OE, ICP-MS и другими методами.

Данные методы измерений являются косвенными и для проведения исследований образцов необходима предварительная калибровка. Основной формой аналитических проб для данных приборов являются водные растворы, поэтому калибровку приборов осуществляют с применением калибровочных образцов, которые чаще всего готовят смешением и разведением стандартных образцов (ГСО) состава растворов, формируя необходимую систему аттестованных смесей. К стандартным

растворам элементов, предназначенных для калибровки подобных приборов, необходимо предъявлять специфические требования, вытекающие из особенностей метода и поставленных задач (низкие пределы обнаружения, высокая точность определения).

Стандартные образцы используются не только для калибровки средств измерений, но и для метрологической аттестации методик выполнения измерений и контроля показателей точности выполняемых измерений.

ФГУП «ВНИИОФИ» занимается метрологическим обеспечением различных областей промышленности и науки, таких как авиационная промышленность, металлургия и прочее. Для этой цели в институте был разработан и утвержден Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196—20151. На эталоне ведутся работы по разработке и утверждению референтных

методик измерения, проведению испытаний в целях утверждения типа стандартных образцов, по установлению метрологической прослеживаемости. В связи с повышающимися требованиями к точностям измерений возникает необходимость в более точных стандартных образцах с неопределенностью аттестованного значения менее 1 %.

Обзор литературы

Для выпуска ГСО состава растворов ионов металлов ФГУП «ВНИИОФИ» были выбраны пять элементов: алюминий, никель, магний, титан, индий. Данные металлы были выбраны как наиболее распространенные элементы, присутствующие в матрицах основных авиационных сплавов. Индий также широко применяется в спектральном анализе в роли внутреннего стандарта, так как имеет много ярко выраженных линий в спектре эмиссии, которые не накладываются на линии элементов изучаемой пробы.

Перед началом производства были изучены сведения по уже имеющимся на данный момент стандартным образцам утвержденного типа выбранных ФГУП «ВНИИОФИ» элементов.

Анализ данных показал, что стандартных образцов утвержденного типа состава водных растворов ионов индия на данный момент в Федеральном информационном фонде обеспечения единства измерений нет.

Таблица 1. Стандартные образцы состава водных растворов ионов алюминия Table 1. CRMs for the composition of aqueous aluminum solutions

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массо- вой концентрации ионов алюминия	Границы допуска- емого значения относительной погрешности
8059–94/ 8061–94	СО состава водных растворов ионов алюминия (комплект № 12К)	Российская Федерация, 000 «ЦСОВВ»	водные растворы квасцов алюмока- лиевых, подкис- ленные серной кислотой	0,95–1,05	±1,0 %
7927–2001	СО состава раствора ионов алюминия (НК-ЭК)	Российская Федерация, 000 «ЭКРОСХИМ»	раствор алюми- ния в 1 М азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7854–2000	СО состава раствора ионов алюминия (42К)	Российская Федерация, 000 «ЦСОВВ»	водный раствор алюминия азотно- кислого, подкис- ленный азотной кислотой	0,95–1,05	±1,0 %

¹ ГЭТ 196-2015 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов // ФГУП «ВНИИОФИ» [сайт]. URL: http://www.ckp.vniiofi.ru/index.php/16-etalony/41-get-196-2011-gosudarstvennyj-pervichnyj-etalon-edinits-massovoj-molyarnoj-doli-i-massovoj-molyarnoj-kontsentratsii-komponentov-v-zhidkikhi-tverdykh-veshchestvakh-i-materialakh-na-osnove-spektralnykh-metodov

Продолжение табл. 1 Table 1 continuation

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массо- вой концентрации ионов алюминия	Границы допуска- емого значения относительной погрешности
7758–2000	СО состава раствора ионов алюминия	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор квасцов алюмокалиевых в 1 М серной кислоте	пюмокалиевых 1 М серной	
7453–98	СО состава раствора ионов алюминия (ком-плект 1К)	Российская Федерация, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»	раствор алюми- ния хлористого 6/в импортный фирмы Panreac, в деионизирован- ной воде подкис- ленный до рН 2-3	0,475–0,525 0,95–1,05	±3,0%
7269–96	СО состава раствора ионов алюминия	Российская Федерация, ФГУП «УНИИМ», ООО «УЗХП»	раствор квасцов в азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %

Таблица 2. Стандартные образцы состава водных растворов ионов никеля Table 2. CRMs for the composition of aqueous nickel solutions

Аттестованное Исходный

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	значение массо- вой концентрации ионов никеля	емого значения относительной погрешности
8001– 93/8003– 93	СО состава водных растворов ионов никеля (комплект № 6К)	Российская Федерация, 000 «ЦСОВВ»	водные растворы никеля (II) азотно- кислого, подкис- ленные азотной кислотой	0,95–1,05	±1,0 %
7873–2000	СО состава раствора ионов никеля (НК-ЭК)	Российская Федерация, 000 «ЭКРОСХИМ»	раствор никеля в 1н азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0%
7785–2000	СО состава раствора ионов никеля	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор никеля азотнокислого в 1 М азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0%

Границы допуска-

Продолжение табл. 2 Table 2 continuation

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массо- вой концентрации ионов никеля	Границы допуска- емого значения относительной погрешности
7442–98	СО состава раствора ионов никеля (комплект 11К)	Российская Федерация, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»	раствор никеля азотнокислого квалификации де- ионизированной воде подкислен- ный до рН 2–3	0,475–0,525 0,95–1,05	±1,0 %
7265–96	СО состава раствора ионов никеля	Российская Федерация, ФГУП «УНИИМ», 000 «УЗХП»	раствор никеля сернокислого 7-водного без ко- бальта в азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7111–94	СО состава раствора ионов никеля (II)	Российская Федерация, 000 «ЭКМЕТС»	раствор ионов никеля (II) в 0.1 М растворе азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %

Таблица 3. Стандартные образцы состава водных растворов ионов магния

Table 3. CRMs for the composition of aqueous magnesium solutions

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массо- вой концентрации ионов магния	Границы допуска- емого значения относительной погрешности
7767–2000	СО состава раствора ионов магния	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор магния азотнокислого в 0.1 М азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7681–99	СО состава водно- го раствора ионов магния	Российская Федерация, 000 «ЭКРОСХИМ»	водный раствор магния хлористо- го 6-водного	0,95–1,05	±1,0 %
7445–98	СО состава раствора ионов магния (комплект 7К)	Российская Федерация, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»	раствор магния сернокислого в деионизирован- ной воде подкис- ленный до рН 2–3	0,95–1,05 4,75–5,25	±1,0 %
7190– 95/7192– 95	СО состава водных рас- творов ионов магния (комплект № 20К)	Российская Федерация, 000 «ЦСОВВ»	водные рас- творы магния хлористого	0,95–1,05 0,475–0,525 0,095–0,105	±1,0 %

ОРИІ ИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ / Р

Таблица 4. Стандартные образцы состава водных растворов ионов титана таble 4. CRMs for the composition of aqueous titanium solutions

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Аттестованное Исходный значение массо- материал вой концентрации ионов титана		Границы допуска- емого значения относительной погрешности
8464–2003	СО состава раствора ионов титана (IV)	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор сульфата титана (IV) в 0.5 М серной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7205– 95/7207– 95	СО состава водных растворов ионов титана (IV) (комплект № 13К)	Российская Федерация, 000 «ЦСОВВ»	водный раствор титана четы- реххлористого, подкисленный серной кислотой	0,95–1,05 0,475–0,525 0,095–0,105	±1,0 %

Как видно из табл. 1—4, часть стандартных образцов получена с использованием в качестве носителя аттестуемого компонента солей металлов. В результате в итоговую погрешность полученных ГСО будет добавляться погрешность взвешивания, определения потерь от растворимости осаждаемого соединения, установления концентрации совместно осаждаемых примесей, общее значение границы допускаемого значения относительной погрешности может достигать ± 1,0 % [1—3].

Материалы и методы

Стандартные образцы состава растворов ионов металлов производства ФГУП «ВНИИОФИ» готовились путем растворения высокочистых металлов в азотной, соляной и фтористоводородной кислотах. Все исходные материалы, использованные для разработки СО, были произведены в России. Массовую долю основного компонента в них рассчитывали как разность между 100% и суммарным содержанием примесей. Работы по определению чистоты носителя аттестуемого элемента для алюминия, никеля, магния и титана проводились в 2015 г. в рамках НИР «Проведение исследова-

ний в области измерений физико-химического состава и свойства веществ по разработке государственных эталонов сравнения в виде высокочистых веществ для воспроизведения и передачи единиц величин, характеризующих химический состав твердых веществ», шифр Чистота. Химически чистые металлы были закуплены в 000 «Компонент-Реактив» (г. Москва) и исследованы на ГЭТ 196-2015. Полученные в результате исследований значения массовых долей и оцененные неопределенности представлены в табл. 5.

Для производства ГСО индия был использован Ин000 по ГОСТ 10297—94 [4], закупленный в АО Гиретмет ГНЦ РФ. Массовая доля индия в сырье марки Ин000 составляет 99,9995 %. Для изготовления раствора ионов алюминия, никеля, магния, титана и индия использовалось следующее оборудование и материалы:

-весы лабораторные Sartorius AG ME 36S (Германия), класс точности специальный (1) по ГОСТ Р 53228-2008 [5];

-колбы мерные из полипропилена ёмкостью 50 см³, 1-го класса точности или индивидуально прокалиброванные с неопределенностью не более ±0,5% от номинального объёма;

Таблица 5. Метрологические характеристики чистых металлов Table 5. Metrological characteristics of pure metals

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение, %	Расширенная неопределенность атте- стованного значения U(k = 2),%
Массовая доля никеля	99,996	0,0013
Массовая доля титана	99,877	0,0118
Массовая доля алюминия	99,9888	0,0030
Массовая доля магния	99,9287	0,0082

- –дозаторы автоматические Biohit mLine (Финляндия), номер Госреестра 43133–09, индивидуально калиброванные:
 - -дистиллятор по ТУ 64-1-1640-72;
- прибор для получения особо чистой воды «ВОДОЛЕЙ» (Россия) по ТУ2.115.000.000;
- система суббойлерной перегонки кислот BERGHOF BSB-939-IR (Германия);
- -кислота соляная «Ч» по ГОСТ 3118-77 [6] (прошедшая очистку в системе суббойлерной перегонки кислот);
- -кислота азотная «Ч» по ГОСТ 4461-77 [7] (прошедшая очистку в системе суббойлерной перегонки кислот);
- кислота фтористоводородная «Ч» по ГОСТ 2567–89 [8] (прошедшая очистку в системе суббойлерной перегонки кислот).

Чистоту кислот, воды и лабораторного оборудования проверяли на спектрометре атомно-абсорбционном АА 280Z (Varian, Австралия) зав. номер EL07093128, номер Госреестра 16496—09, входящий в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015.

Для приготовления растворов ионов металлов навески стружки алюминия, никеля, титана, магния и индия массой по 0,5 г., взвешенные на весах лабораторных электронных Sartorius ME 36S (Германия), помещались в автоклавы системы подготовки проб DigiPREP (SCP Science (Канада)). Пробы растворялись в 1 М соляной кислоте (для алюминия), в 1 М азотной кислоте (для магния, индия и никеля), в 1 М азотной кислоте и 0,2 М фтористоводородной кислоте (для титана) при максимальной температуре 100 °С. Кислота предварительно была очищена путем дистилляции в системе очистки кислот Berghof BSB-939-IR. Полученный раствор с массовой концентрацией ионов металлов 10 г/дм³ разбавляли в 10 раз водой высокой очистки по ГОСТ 6709—72 [9].

Аттестованные значения массовой концентрации ионов металлов были рассчитаны по процедуре приготовления.

Исследование нестабильности СО

Исследование нестабильности стандартных образцов проводилось в соответствии с РМГ 93–2015 [10] изохронным способом на атомно-эмиссионной установке из состава ГЭТ 196-2015. При изохронном исследовании стабильности применялся «метод ускоренного старения». Пробы были разделены на две части. Одну

из частей хранили при (20 ± 5)°С, вторую часть при повышенной температуре. При фиксированных значениях температуры хранения продолжительность исследования стабильности оценивают по формуле:

$$\tau = \frac{T}{2^{\frac{t_1 - t_0}{10}}},\tag{1}$$

где T – предполагаемый срок годности экземпляра CO = 36 месяцев; t_0 , t_1 – температура хранения материала CO и температура хранения CO при ускоренном старении.

Температура хранения стандартных образцов (20 ± 5) °C, температура ускоренного старения 80 °C.

$$\tau = \frac{12}{2^{\frac{80-20}{10}}} = 0,56 \tag{2}$$

Хранение пробы 403 часа при температуре 80 °C соответствует 36 месяцам при 20 °C. В течение 403 часов через каждые три дня производили пять пар измерений в условиях повторяемости и вычисляли отклонение результатов измерений di в i-й момент времени.

Стандартную неопределенность от нестабильности u_{stab} в момент времени t и число степеней свободы v_{stab} оценили по формуле 3. Приведен расчет на примере алюминия.

$$u_{stab} = s_a t = 0.069\%,$$
 (3)

где t – срок годности СО, равный три года; s_a – стандартное отклонение коэффициента линейности зависимости разности результатов измерений di от времени.

Статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено.

Расчет расширенной неопределенности аттестованного значения

Расчет неопределенности от способа определения аттестованного значения стандартного образца проведен с учетом положений ГОСТ ISO Guide 35–2015 [11] и РМГ 93–2015.

За аттестованное значение приняли расчетное значение массовой концентрации металлов, полученное по методу приготовления.

Стандартную неопределенность от способа характеризации оценили по формуле 4. Расчет приведен для алюминия.

$$u_{char} = \sqrt{\frac{s^2}{n-1} + \frac{U^2(\Theta)}{k^2}} = 0,267\%,$$
 (4)

где $U(\Theta)$ – значение расширенной стандартной неопределенности по методу приготовления; s – относительное стандартное отклонение приготовленных параллельных CO.

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения стандартных образцов в соответствии с ГОСТ Р 54500.3—2011 определяли по уравнению:

$$u_c^2(A) = u_{char}^2 + u_{stab}^2 = 0.276\%$$
 (5)

где u_{char}^2 – стандартная неопределенность от способа определения аттестованного значения CO; u_{stab}^2 – стандартная неопределенность от нестабильности CO.

Расширенную неопределенность U вычисляли исходя из суммарной стандартной неопределенности u_c и коэффициента охвата k по формуле

$$U = ku_c = 0.55\%$$
 (6)

Результаты и обсуждения

В результате проведенных исследований, учитывающих стабильность растворов и погрешность метода

были получены следующие значения массовой концентрации ионов металлов и расширенной неопределенности аттестованного значения массовой концентрации ионов металлов (см. табл. 6).

В описании типа стандартных образцов была прописана расширенная неопределенность 0,8 %, полученная исходя из максимально возможных показателей неопределенности всех составляющих (метод определения аттестованной характеристики, чистота материалов).

Стандартные образцы утвержденного типа состава растворов ионов алюминия, титана, магния, никеля и индия производства ФГУП «ВНИИОФИ» расфасованы в ампулы вместимостью 5, 10, 25 см³ и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 и 250 см³.

Заключение

Разработанные стандартные образцы внесены Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов под номерами ГСО 11122—2018,

Таблица 6. Стандартные образцы состава ионов металлов производства ФГУП «ВНИИОФИ» таble 6. Certified reference materials (CRM) of metal ions aqueous solutions composition developed by VNIIOFI

Номер ГСО	Наименование	Исходный	массовой конц	ое значение ентрации ионов ллов	Расширенная неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата k=2, %	
160		материал	согласно описанию типа	первой партии	согласно описанию типа	первой партии
11122–2018	СО состава раствора алюминия	раствор металлического алюминия в 1 М соляной кислоте	0,95–1,06	1,04	0,8	0,55
11123–2018	СО состава раствора индия	раствор металлического индия в 1 М азотной кислоте	0,95–1,06	1,03	0,8	0,31
11124–2018	СО состава раствора магния	раствор металлического магния в 1 М азотной кислоте	0,95–1,06	0,99	0,8	0,44
11125–2018	СО состава раствора никеля	раствор металлического никеля в 1 М азотной кислоте	0,95–1,06	0,99	0,8	0,37
11126–2018	СО состава раствора титана	раствор металлического титана 1 М азотной кислоте и 0,2 М фтористоводородной кислоте	0,95–1,06	1,05	0,8	0,52

ГСО 11123–2018, ГСО 11124–2018, ГСО 11125–2018 и ГСО 11126–2018².

Отличительной чертой ГСО производства ФГУП «ВНИИОФИ» является указание в метрологических характеристиках значения расширенной неопределенности, а не погрешности. Это позволяет облегчить интеграцию российской метрологии в международные метрологические организации, такие как СООМЕТ, ВІРМ, JCTLM.

Аттестованное значение массовой концентрации ионов металлов государственных стандартных образцов лежит в интервале 0,95–1,06 г/дм³. Относительная расширенная неопределенность (при к=2) аттестованного значения массовой концентрации не превышает 0,8%, относительная стандартная неопределенность от нестабильности не превышает 0,069%. Срок годности стандартных образцов составляет 3 года при соблюдении условий хранения.

Стандартные образцы утвержденного типа производства ФГУП «ВНИИОФИ» имеют расширенную неопределенность, сопоставимую со стандартными образцами мировых лидеров в производстве аналогичных материалов.

Государственные стандартные образцы ионов металлов вошли в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015 так как их точностные характеристики соответствуют уровню ГЭТ 196-2015.

Вклад соавторов

Ермакова Я. И.: концепция исследования, получение экспериментальных данных, анализ экспериментальных данных, сбор литературных данных, компьютерная работа с текстом, перевод на английский, критический анализ и доработка текста.

Зябликова И. Н.: получение экспериментальных данных, анализ экспериментальных данных, оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа.

Шобина А. Н.: определение замысла статьи, сбор литературных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи, критический анализ и доработка текста.

Иванов А. В.: концепция исследования, критический анализ и доработка статьи.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. Лайтинен Г. А., Харрис В. Е. Химический анализ. М.: Химия, 1979. 624 с.
- 2. Бабко А. К., Пятницкий Н. В. Количественный анализ. М.: Мир, 1968. 495 с.
- 3. Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Лисиенко М. Д. Стандартные образцы состава растворов ионов металлов для градуировки приборов с индуктивносвязанной плазмой // Стандартные образцы. 2010. № 3. C. 45–55.
- 4. ГОСТ 10297—94 Индий. Технические условия. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1994. 27 с.
- 5. ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. М.: Стандартинформ, 2010. 134 с.

REFERENCES

- 1. Laitinen H. A., Harris V. E. Chemical analysis. Moscow: Chemistries; 1979. 624 p. (In Russ.).
- 2. Babko A. K., Pyatnitsky N. V. Quantitative analysis. Moscow: Mir; 1968. 495 p. (In Russ.).
- 3. Lisienko D. G., Dombrovskaya M. A., Lisienko M. D. Certified reference materials for composition of metal ion solutions for calibration of instruments with inductively coupled plasma. Standartnye obrazcy=Reference materials. 2010;3:45–56. (In Russ.).
- 4. GOST 10297–94 Indium. Specifications. Interstate Council for Standardization, Metrology and Certification. Minsk, 1994, 27 p. (In Russ.).
- 5. GOST 53228–2008 Non-automatic weighing instruments. Standartinform Publ. Moscow, 2010, 134 p. (In Russ.).

² ГСО 11122-2018 Стандартный образец состава раствора алюминия. Росстандарт [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492841

ГСО 11123–2018 Стандартный образец состава раствора индия. Росстандарт [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492842

ГСО 11124—2018 Стандартный образец состава раствора магния. Росстандарт [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492843

ГСО 11125—2018 Стандартный образец состава раствора никеля. Росстандарт [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/ registry/19/items/492844

ГСО 11126—2018 Стандартный образец состава раствора титана. Росстандарт [сайт]. URL: https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492845

- 6. ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (с изменением № 1). М.: ИПК Издательство стандартов, 2018. 12 с.
- 7. ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (с изменением № 1,2 с Поправкой). М.: Стандартинформ, 2018. 6 с.
- 8. ГОСТ 2567-89 Кислота фтористоводородная техническая. Технические условия. М.: ИПК Издательство стандартов, 2018. 15 с.
- 9. ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2016. 11 с.
- 10. РМГ 93-2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2016. 32 с.
- 11. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ермакова Янина Игоревна – старший научный сотрудник отдела испытаний и сертификации Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).

Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46 e-mail: Ermakova@vnijofi.ru

Иванов Александр Вячеславович – начальник отдела испытаний и сертификации Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).

Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46 e-mail: Ivanov@vniiofi.ru

Зябликова Ирина Николаевна— инженер отдела испытаний и сертификации Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).

Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46 e-mail: Center_gso@vniiofi.ru

Шобина Анна Николаевна – начальник сектора обеспечения единства атомно-спектральных измерений Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).

Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46 e-mail: Shobina@vniiofi.ru

- 6. GOST 3118–77 Reagents. Hydrochloric acid. Specifications. IPK publishing standards, as amended. Moscow, 2018, 12 p. (In Russ.).
- 7. GOST 4461–77 Reagents. Nitric acid. Technical conditions. Standartinform Publ. Moscow, 2018, 6 p. (In Russ.).
- 8. GOST 2567–89 Hydrofluoric acid technical. Technical conditions. IPK publishing standards. Moscow, 2018, 15 p. (In Russ.).
- 9. GOST 679–72 Water distilled. Specifications. Standartinform Publ. Moscow, 2016, 11 p. (InRuss.)
- 10. RMG 93–2009 GSI. State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. Standartinform Publ. Moscow, 2011, 32 p. (In Russ.).
- 10. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials Basic and statistical principles of the certification. Standartinform Publ. Moscow, 2016, 61 p. (In Russ.)

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Ianina I. Ermakova – Senior Researcher, the Department of Testing and Certification, the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).

46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation e-mail: Ermakova@vniiofi.ru

Alexander V. Ivanov – Head of the Department of Testing and Certification, the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).

46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation e-mail: Ivanov@vniiofi.ru

Irina N. Zyablikova – Engineer the Department of Testing and Certification, the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).

46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation e-mail: Center_gso@vniiofi.ru.

Anna N. Shobina – Head of the Sector for Ensuring the Unity of Atomic Spectral the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).

46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation e-mail: Shobina@vniiofi.ru