

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья

УДК 006.86:543.612

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-2-45-60>



Разработка стандартных образцов состава растворов олова, селена и сурьмы

Е. В. ВострокнUTOва  , А. С. Ивлева, П. В. Мигаль , Е. П. Собина 

УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», г. Екатеринбург, Россия

 vostroknutovaev@uniim.ru

Аннотация: В статье описана работа по созданию стандартных образцов состава растворов олова, селена и сурьмы, представляющих собой растворы чистых олова, селена и сурьмы в минеральных кислотах, расфасованные в полимерные флаконы. Разработка стандартных образцов проведена в несколько этапов: приготовление растворов из чистых веществ и их фасовка, определение аттестованного значения и оценка однородности, исследование стабильности стандартных образцов. Аттестованные характеристики стандартных образцов «массовая доля» и «массовая концентрация» элемента установлены методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой с применением оборудования из состава Государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196–1. Разработанные стандартные образцы внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в виде наборов ГСО 12278-2023/ГСО 12281-2023, ГСО 12703-2024/ГСО 12706-2024, ГСО 12707-2024/ГСО 12710-2024, каждый из которых состоит из четырех типов, отличающихся значением аттестованных характеристик.

Ключевые слова: стандартные образцы состава растворов, олово, селен, сурьма, массовая доля, массовая концентрация, прослеживаемость аттестованных значений, метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Принятые сокращения: СО – стандартный образец; ЭС – эталон сравнения; ФИФ ОЕИ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Для цитирования: Разработка стандартных образцов состава растворов олова, селена и сурьмы / Е. В. ВострокнUTOва [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 2. С. 45–60. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-2-45-60>

Статья поступила в редакцию 31.03.2025; одобрена после рецензирования 15.05.2025; принята к публикации 25.06.2025.

REFERENCE MATERIALS

Research Article

Development of Reference Materials of Tin, Selenium and Antimony Solutions

Elena V. Vostroknutova  , Anastasiya S. Ivleva, Pavel V. Migal , Egor P. Sobina 

UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Yekaterinburg, Russia

 vostroknutovaev@uniim.ru

Abstract: The article describes the work on creating reference materials for the composition of tin, selenium and antimony solutions, which are solutions of pure tin, selenium and antimony in mineral acids packaged in polymer bottles. The development of reference materials was carried out in several stages: preparation of solutions from pure substances and their packaging, determination of the certified value and homogeneity assessment, and stability testing of reference materials. The certified characteristics of the reference materials “mass fraction” and “mass concentration of an element” were established by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma using equipment of the State Secondary Standard for Units of Mass Fraction and Mass (Molar) Concentration of Metals in Liquid and Solid Substances and Materials GVET 196–1. The developed reference materials have been entered into the Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements in the form of sets of GSO 12278-2023/GSO 12281-2023, GSO 12703-2024/GSO 12706-2024, GSO 12707-2024/GSO 12710-2024, each of which consists of four types differing in the value of certified characteristics.

Keywords: reference materials of solution composition, tin, selenium, antimony, mass fraction, mass concentration, traceability of certified values, inductively coupled plasma atomic emission spectrometry method

Abbreviations used: RM – reference material; CS – comparison standard; FIF EUM – Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements.

For citation: Vostroknutova E. V., Ivleva A. S., Migal P. V., Sobina E. P. Development of reference materials of tin, selenium and antimony solutions. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(2):45–60. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-2-45-60>

The article was submitted 31.03.2025; approved after reviewing 15.05.2025; accepted for publication 25.06.2025.

Введение

Олово, селен и сурьма служат основой для создания разнообразных материалов, необходимых для наукоемких отраслей промышленности.

Олово входит в число наиболее древних среди используемых человечеством металлов и в настоящее время считается «критическим металлом»¹. Олово применяется в производстве

сверхпроводящих магнитов, жидкокристаллических дисплеев, конструкционных материалов в аэрокосмической и автомобильной промышленности, служит сырьем для изготовления интегральных схем на основе кремния, лазеров на основе кремния, германия и олова [1–3]. Определение содержания и изотопного состава олова в природных материалах является инструментом для реконструкции эволюции флюидов или определения петрологических источников и процессов [4]. Кроме того, олово востребовано в металлургии, производстве полупроводниковых изделий, антикоррозионных

¹ Еремин Н. И. Стратегическое, дефицитное и критическое минеральное сырье: интерактивное учебно-методическое пособие. Издание сетевого распространения. М. : «КДУ», 2020.

покрытий, для обработки оптических стекол, а также во многих других областях [5–7].

Уникальные свойства селена делают его незаменимым в различных областях промышленности. Композиционные материалы на основе селена служат для создания химических источников тока [8]. Сплавы на основе селена – перспективная основа производства термоэлементов и полупроводников [9]. Селен входит в группу биологически важных микроэлементов – участников метаболических, биофизических и энергетических реакций, обеспечивающих жизнеспособность и функции клеток, тканей, органов и организма в целом [10–12]. Многочисленные исследования посвящены изучению биодоступных материалов для восполнения дефицита селена в организме человека и животных, в том числе при борьбе с различными заболеваниями. Однако установлена токсичность высоких концентраций селена [13].

Сурьма является важным и стратегическим металлом благодаря своей превосходной электропроводности и стабильности при комнатной температуре, что делает ее чрезвычайно универсальной как в промышленном, так и в повседневном применении [14]. Сурьма и ее соединения входят в состав катализаторов, солнечных элементов, фотодетекторов, электродов аккумуляторных батарей и устройств памяти [15].

Технологические процессы переработки олова, селена и сурьмы сопровождаются контролем сырья, продуктов и отходов производства, мониторингом объектов окружающей среды. Контроль, заключающийся в измерении содержания элементов в исследуемых объектах, организован с применением соответствующих СО, позволяющих оценить правильность, достоверность полученных результатов и обеспечить их прослеживаемость к государственным первичным эталонам соответствующих единиц величин.

ФИФ ОЕИ содержит сведения о СО состава растворов ионов олова (ГСО 7776-2000, ГСО 7238-96/7240-96), ионов селена (ГСО 7779-2000, ГСО 7340-96/7342-96) и ионов сурьмы (ГСО 8402-2003, ГСО 7203-95/7204-95)²,

предназначенных в качестве основы для сравнения при решении различных аналитических задач в науке и промышленности. Представленные действующие типы СО выпускаются в стеклянных ампулах с аттестованными значениями массовой концентрации и относительной погрешностью аттестованных значений 1 %. Такие технические и метрологические характеристики СО не всегда могут удовлетворить потребности некоторых областей исследований, особенно связанных с анализом высокочистых веществ и применением высокочувствительных методов. Как отмечено в работе [16], существующие СО имеют некоторые ограничения, связанные с невозможностью использования гравиметрического метода приготовления градуировочных растворов без предварительного определения плотности растворов, с накоплением в материале СО примесей из стекла, что особенно оказывает влияние при использовании СО в высокочувствительном методе масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Кроме того, относительная погрешность аттестованного значения СО 1 % не позволяет применять такие СО для высокоточных измерений, погрешность которых менее 1 %.

fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392183 (дата обращения: 28.02.2025).

ГСО 7238-96/7240-96 Стандартный образец состава водных растворов ионов олова (IV). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392571> (дата обращения: 28.02.2025).

ГСО 7779-2000 Стандартный образец состава раствора ионов селена. Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392181> (дата обращения: 28.02.2025).

ГСО 7340-96/7342-96 Стандартный образец состава водных растворов ионов селена (IV). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392500> (дата обращения: 28.02.2025).

ГСО 8402-2003 Стандартный образец состава раствора ионов сурьмы (III). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/391779> (дата обращения: 28.02.2025).

ГСО 7203-95/7204-95 Стандартный образец состава водных растворов ионов сурьмы (III). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392585> (дата обращения: 28.02.2025).

² ГСО 7776-2000 Стандартный образец состава раствора ионов олова (IV). Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/392183>

Актуальность описанного в статье исследования, результатом которого стало создание альтернативных СО, лишенных перечисленных выше ограничений, объясняется острой потребностью потребителя иметь широкий арсенал СО, оптимальных по своим характеристикам для решения различных аналитических задач.

Цель исследования – разработать СО состава растворов олова, селена и сурьмы с установленными значениями относительной погрешности и относительной расширенной неопределенности аттестованных значений менее 1 % и прослеживаемых к единицам SI.

Задачи исследования:

- приготовление растворов олова, селена и сурьмы;
- характеристика и оценка однородности материала СО;
- исследование стабильности материала СО.

Материалы и методы

Исследуемыми материалами – кандидатами в СО – являлись растворы, приготовленные из чистых олова, селена и сурьмы с массовой долей основного компонента не менее 99,7 % и минеральных кислот.

Для растворения и приготовления растворов применялись соляная кислота квалификации «ос. ч.» ГОСТ 14261–77³, азотная кислота квалификации «ос. ч.» ГОСТ 11125–84⁴. Кислоты перед применением были очищены методом суббойлерной дистилляции с помощью системы очистки кислот Distillacid BSB-939-IR. Для приготовления раствора сурьмы использовалась винная кислота квалификации «ч. д. а.» ГОСТ 5817–77⁵.

Вода для приготовления растворов готовилась с помощью комбинированной мембранной установки ДВС–М/1Н-2 для очистки воды.

Поверхность исходного материала металлического олова подвергалась очистке путем травления в растворе соляной кислоты (1:1), затем промывке в деионизованной воде и сушке в токе аргона. Навески исходных чистых олова,

селена и сурьмы взвешивали на весах лабораторных XP Analytical XP205 (Mettler-Toledo AG, Швейцария). Растворы взвешивали на весах MC-6100 (A&D Company Ltd., Япония).

Растворение навесок олова, селена и сурьмы проводилось во фторопластовых колбах объемом 100 см³. Для приготовления растворов использовались полимерные флаконы объемом 500, 1 000 см³ с закручивающимися крышками.

Измерения массовой доли элементов в исследуемых материалах проводились на установке, реализующей метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой, из состава Государственного вторичного эталона ГВЭТ 196-1⁶. Установка представляет собой атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Optima 7300 DV (Perkin Elmer, США), оснащенный фторопластовой циклонной распылительной камерой объемом 50 см³. Диапазон воспроизводимых значений массовой доли элементов с помощью эталона ГВЭТ 196-1 составляет от $1 \cdot 10^{-4}$ до 6 %, диапазон воспроизводимых значений массовой концентрации – от $1 \cdot 10^{-4}$ до 6 г/дм³. Относительная стандартная неопределенность типа А воспроизведения единиц массовой доли и массовой концентрации элементов в жидких веществах составляет от 0,001 до 1,0 %. Относительная стандартная неопределенность типа В воспроизведения единиц массовой доли и массовой концентрации металлов в жидких веществах составляет

$$\frac{U_a}{k} = (1,001...7) \%, \quad (1)$$

где U_a – относительная расширенная неопределенность эталона сравнения с коэффициентом охвата k , с помощью которого производится передача единиц массовой доли и массовой концентрации, %.

Приведем условия проведения измерений (табл. 1).

При проведении исследований использовались эталоны сравнения высокочистых олова, селена и сурьмы, представляющие собой

³ ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия.

⁴ ГОСТ 11125–84 Кислота азотная особой чистоты.

⁵ ГОСТ 5817–77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия.

⁶ ГВЭТ 176-1-2010 Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа.

Таблица 1. Параметры измерений атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой

Table 1. Measurement parameters of an inductively coupled plasma atomic emission spectrometer

Наименование параметра	Значение параметра
Мощность плазмы, Вт	1 300
Скорость потока аргона через внешнюю трубку горелки, $\text{дм}^3/\text{мин}$	15
Скорость потока аргона через распылитель, $\text{дм}^3/\text{мин}$	0,80
Скорость потока вспомогательного газа, $\text{дм}^3/\text{мин}$	0,20
Скорость потока раствора, $\text{см}^3/\text{мин}$	1,5

чистые вещества с точно известной массовой долей основного компонента, измеренной по схеме «100 минус сумма примесей» [17, 18]:

– эталон сравнения олова высокой чистоты ЭС-1.3-176-058-2023-Sn с массовой долей олова $(99,996\,6 \pm 0,001\,1)\%$;

– эталон сравнения селена высокой чистоты ЭС-1.3-176-060-2024-Se с массовой долей селена $(99,991\,3 \pm 0,002\,9)\%$;

– эталон сравнения сурьмы высокой чистоты ЭС-1.3-176-061-2024-Sb с массовой долей сурьмы $(99,983 \pm 0,011)\%$.

Растворы, приготовленные из эталонов сравнения высокочистых олова, селена и сурьмы, использовались как основа для сравнения и передачи единицы величины «массовая доля» исследуемым растворам материала СО.

Измерения атмосферного давления проводились с помощью датчика давления мембранно-емкостного «Баратрон 690A13TRA» (MKS Instruments, Германия). Температура окружающей среды и относительная влажность измерены с помощью термогигрометра CENTER313 (CENTER Technology Corp., Тайвань).

Измерения плотности полученных растворов проводились с помощью измерителя плотности жидкостей вибрационного ВИП-2МР (ООО «Термекс», Россия).

Результаты и обсуждение

Приготовление растворов олова, селена и сурьмы

Олово растворяли в растворе соляной кислоты (1:1), селен – в азотной кислоте (1:1), сурьму – в азотной кислоте (1:1) с добавлением

винной кислоты в соотношении (1:5) к навеске сурьмы. Полученные растворы количественно переносили в полимерные флаконы и доводили до необходимой массы 2-процентным раствором азотной кислоты. Таким образом были приготовлены исходные растворы олова, селена и сурьмы с массовой долей основного компонента $10\,000\text{ млн}^{-1}$, $1\,000\text{ млн}^{-1}$. Растворы с массовой долей 100 млн^{-1} и 10 млн^{-1} были приготовлены разбавлением исходных растворов $10\,000\text{ млн}^{-1}$ и $1\,000\text{ млн}^{-1}$ соответственно гравиметрическим методом.

Для фасовки полученных растворов использовали полимерные (HDPE) флаконы номинальным объемом 30 см^3 . Таким образом было приготовлено по 4 партии каждого элемента с номинальным значением массовой доли (массовой концентрации) олова, селена и сурьмы $10\,000\text{ млн}^{-1}$ ($10\,000\text{ мг/дм}^3$), $1\,000\text{ млн}^{-1}$ ($1\,000\text{ мг/дм}^3$), 100 млн^{-1} (100 мг/дм^3), 10 млн^{-1} (100 мг/дм^3), 10 млн^{-1} (10 мг/дм^3) в количестве 20 экземпляров каждой партии.

Характеризация и оценка однородности материала СО

Для характеристики материала СО от каждой партии СО было отобрано по 5 экземпляров. В каждом экземпляре проведены измерения массовой доли основного компонента методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой на установке из состава Государственного вторичного эталона ГВЭТ 196-1 [19]. Суть метода измерений массовой доли элементов состояла в многократных компаративных измерениях

относительной интенсивности определяемого элемента и внутреннего стандарта в исследуемом растворе и растворе ЭС высокочистых олова, селена и сурьмы [18]. Используемая в данном исследовании концепция применения ЭС для передачи единицы величины «массовая доля компонента» описана в работе [20].

Растворы ЭС олова, селена и сурьмы были приготовлены гравиметрическим методом. Массы навесок ЭС были определены методом точного взвешивания по схеме «АВВА» с учетом поправки на выталкивающую силу. Массовую долю элемента в растворе ЭС ($w_{\text{ЭС}}$) определяли по формуле

$$w_{\text{ЭС}} = K_{\text{stab}} \cdot K_{\text{homo}} \cdot K_{\text{evap}} \cdot \left(w_{\text{blank}} + \frac{m_n \cdot w \cdot \left(\frac{\rho_a}{\rho_r} - 1 \right)}{m_r \cdot \left(\frac{\rho_a}{\rho_n} - 1 \right)} \right), \quad (2)$$

где w – массовая доля основного компонента в ЭС, млн⁻¹; ρ_a , ρ_r , ρ_n – плотности воздуха, раствора и эталона сравнения соответственно, кг/м³; m_n – масса навески ЭС, полученная методом точного взвешивания по схеме «АВВА», г; m_r – масса раствора, г; w_{blank} – массовая доля

компонента в холостой пробе, млн⁻¹; K_{stab} , K_{homo} , K_{evap} – коэффициенты, связанные с временной стабильностью, однородностью и возможным испарением раствора эталона сравнения в процессе приготовления соответственно (в расчетах принимаются равными 1; их неопределенности устанавливаются экспериментально).

Приведем типичный бюджет неопределенности массовой доли элемента в растворе ЭС на примере раствора олова (табл. 2).

Растворы для измерений были приготовлены в полимерных пробирках объемом 50 см³ гравиметрическим методом. Приведем соотношение массовых долей измеряемых элементов и внутренних стандартов и соответствующие линии эмиссии (табл. 3).

Для каждого исследуемого раствора элемента была приготовлена холостая проба, содержащая все компоненты раствора, за исключением исходных чистых олова, селена и сурьмы.

Оценка аттестованного значения в каждом отобранном экземпляре СО была получена по формуле (3) [18]:

$$w_{\text{СО}} = w_{\text{ЭС}} \cdot \frac{m_{\text{ЭС}}}{m_{\text{СО}}} \cdot \frac{m_{\text{IntSt.CO}}}{m_{\text{IntSt.ЭС}}} \cdot \frac{I_{\text{Analyte.CO}}}{I_{\text{Analyte.ЭС}}} \cdot \frac{I_{\text{IntSt.ЭС}}}{I_{\text{IntSt.CO}}} \cdot K, \quad (3)$$

Таблица 2. Бюджет неопределенности массовой доли олова в растворе эталона сравнения

Table 2. Uncertainty budget of the mass fraction of tin in the solution of the reference standard

Источник	Значение	u_i	Ед. изм.	c_i	$u_i c_i$	$u_i^2 c_i^2$, %
w	999 966	6	млн ⁻¹	$1,0 \cdot 10^{-2}$	0,056	4,9
m_n	2,493 98	0,000 06	г	$4,0 \cdot 10^3$	0,240	19,1
m_r	248,261	0,017	г	40	0,680	59,9
ρ_a	1,163	0,008	кг/м ³	8,2	0,066	5,8
ρ_n	7 300	250	кг/м ³	$2,1 \cdot 10^{-4}$	0,053	4,6
ρ_r	1 057	4	кг/м ³	$-1,0 \cdot 10^{-2}$	0,040	3,5
w_{blank}	0	0,000 5	млн ⁻¹	1	0,000 5	0,0
K_{homo}	1	0,000 1	млн ⁻¹	1	0,000 1	0,0
K_{stab}	1	0,000 33	млн ⁻¹	1	0,000 3	0,0
K_{evap}	1	0,000 1	млн ⁻¹	1	0,000 1	0,0
$w_{\text{ЭС}}$	10 036,2	—	млн ⁻¹			
Стандартная неопределенность массовой доли олова в растворе ЭС, $u_c(w_{\text{ЭС}})$, млн ⁻¹						0,77

Таблица 3. Параметры измерений массовой доли олова, селена и сурьмы в материалах СО

Table 3. Measurement parameters of the mass fraction of tin, selenium and antimony in RMs

Аналит	Параметры измерений
Sn	Sn 283.998 нм / In 325.609 нм; 20 млн ⁻¹ /10 млн ⁻¹
Se	Se 203.985 нм / Sc 361.383 нм; 50 млн ⁻¹ /0.2 млн ⁻¹
Sb	Sb 217.582 нм / Sc 361.383 нм; 20 млн ⁻¹ /0.2 млн ⁻¹

где w_{CO} – массовая доля элемента в материале СО, млн⁻¹; $w_{ЭС}$ – массовая доля элемента в растворе ЭС, млн⁻¹; $m_{ЭС}$ – масса раствора ЭС, г; m_{CO} – масса раствора СО, г; $m_{IntSt.ЭС}$ – масса внутреннего стандарта в растворе ЭС, г; $m_{IntSt.CO}$ – масса внутреннего стандарта в растворе СО, г; $I_{Analyte.ЭС}$, $I_{Analyte.CO}$ – интенсивности эмиссии элемента в растворе ЭС и СО соответственно, мВ · нм; $I_{IntSt.ЭС}$ – интенсивность эмиссии внутреннего стандарта в растворе ЭС, мВ · нм; $I_{IntSt.CO}$ – интенсивность эмиссии внутреннего стандарта в растворе СО, мВ · нм; K – эмпирический коэффициент, учитывающий отклонение процедуры компаративных измерений от оптимальных значений.

Оптимальными условиями проведения компаративных измерений является равенство интенсивностей исследуемого элемента и внутреннего стандарта в растворе. Однако на практике этого добиться трудно. Определение коэффициента K и его оценка влияния на результат

измерений проведена в работе [20], где сделан вывод: при отличии в интенсивностях эмиссии $I_{Analyte.ЭС}$ и $I_{Analyte.CO}$ не более чем на 5 % значение коэффициента K принимают равным 1.

Таким образом были получены результаты измерений массовой доли олова, селена, сурьмы в каждом отобранном для исследования экземпляре СО, которые использовались для оценки однородности материала СО.

Приведем типичный бюджет неопределенности характеристики материала СО на примере СО состава раствора олова с номинальным значением массовой доли 10 000 млн⁻¹ (табл. 4).

Исследование однородности проведено согласно ГОСТ ISO Guide 35⁷ методом однофакторного дисперсионного анализа, а также в соответствии с алгоритмами, описанными

⁷ ГОСТ ISO Guide 35 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации).

Таблица 4. Бюджет неопределенности характеристики материала СО состава раствора олова с номинальным значением массовой доли 10 000 млн⁻¹

Table 4. Uncertainty budget for characterization of the RM for the composition of a tin solution with a nominal mass fraction of 10,000 ppm

Источник	Значение	u_i	Ед. изм.	c_i	$u_i^2 c_i^2$	$u_i^2 c_i^2$, %
$w_{ЭС}$	10 036,2	0,74	млн ⁻¹	0,99	0,54	3,4
$m_{ЭС}$	2,502 58	0,00020	г	$4,0 \cdot 10^3$	0,63	4,0
m_{CO}	2,507 71	0,00020	г	$4,0 \cdot 10^3$	0,64	4,0
$m_{IntSt.ЭС}$	20,038 65	0,00020	г	-498	0,01	0,1
$m_{IntSt.CO}$	20,022 06	0,00020	г	498	0,01	0,0
$I_{Analyte.ЭС}$	1 016 680	4058	мВ · нм	$-3,1 \cdot 10^{-4}$	1,58	10,0
$I_{Analyte.CO}$	1 012 576	4261	мВ · нм	$5,5 \cdot 10^{-4}$	5,49	34,7
$I_{IntSt.ЭС}$	1 005 723	3984	мВ · нм	$3,2 \cdot 10^{-4}$	1,63	10,3

Окончание табл. 4

End of Table 4

Источник	Значение	u_i	Ед. изм.	c_i	$u_i^2 c_i^2$	$u_i^2 c_i^2, \%$
$I_{IntSt.CO}$	1 005 373	3984	мВ · нм	$-5,4 \cdot 10^{-4}$	4,63	29,2
w_{CO}	9 970,48	0,56	млн ⁻¹	1	0,31	2,0
K	1	$6 \cdot 10^{-5}$	1	$9,97 \cdot 10^3$	0,36	2,3
Стандартная неопределенность типа А, u_A , млн ⁻¹						3,69
Стандартная неопределенность типа В, u_B , млн ⁻¹						1,48
Суммарная стандартная неопределенность характеристики, u_{char} , млн ⁻¹						3,98
Расширенная неопределенность характеристики при коэффициенте охвата $k = 2$, $U(w_{CO})$, млн ⁻¹						7,96
Относительная расширенная неопределенность характеристики при коэффициенте охвата $k = 2$						0,08

в работе [21]. Приведем типичные экспериментальные данные и результаты расчета стандартной неопределенности от неоднородности на примере СО состава раствора олова с номинальным значением массовой доли 10 000 млн⁻¹ (табл. 5).

Стандартная неопределенность аттестованного значения СО от неоднородности материала СО учитывалась при оценке расширенной неопределенности аттестованных значений СО.

Исследование стабильности материала СО

Исследование стабильности СО проведено в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35 методом ускоренного старения. Для расчета стандартной неопределенности от нестабильности использовали алгоритм, описанный в работе [22]. От каждой партии СО были отобраны по 5 экземпляров, которые хранились при температуре $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$. Каждые 9 суток перемещали по одному экземпляру СО в стандартные условия хранения. По истечении 45 суток проводили измерения массовой доли элементов во всех экземплярах СО, как описано выше, — методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой. Приведем типичные экспериментальные данные и результаты расчета стандартной неопределенности аттестованных значений СО от нестабильности на примере СО состава раствора

сурьмы с номинальным значением массовой доли 10 000 млн⁻¹ (табл. 6).

Стандартная неопределенность аттестованного значения СО от нестабильности материала СО учитывалась при оценке расширенной неопределенности аттестованных значений СО.

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения СО, u_c , оценивали по формуле

$$u_c = \sqrt{u_{char}^2 + u_h^2 + u_{st}^2}, \quad (4)$$

где u_{char} — стандартная неопределенность от характеристики СО, млн⁻¹; u_h — стандартная неопределенность от неоднородности СО, млн⁻¹; u_{st} — стандартная неопределенность от нестабильности СО, млн⁻¹.

Расширенную неопределенность аттестованного значения СО, U , и относительную расширенную неопределенность аттестованного значения СО, U_o , рассчитывали по формулам

$$U = k \cdot u_c, \quad (5)$$

$$U_o = \frac{U}{A} \cdot 100, \quad (6)$$

где k — коэффициент охвата, численно равный 2 при $P = 0,95$; A — аттестованное значение СО, млн⁻¹.

Приведем в качестве примера полный бюджет неопределенности аттестованного значения

Таблица 5. Результаты оценки однородности материала СО состава раствора олова с номинальным значением массовой доли 10 000 млн⁻¹

Table 5. Results of the homogeneity assessment of the RM for the composition of the tin solution with a nominal mass fraction of 10,000 ppm

Номер пробы	Результаты измерений, млн ⁻¹					Среднее значение, млн ⁻¹
	1	2	3	4	5	
1	10 006,9	9 988,3	9 987,7	9 991,5	10 001,4	9 995,18
2	10 006,7	9 987,4	9 959,2	9 991,5	9 980,4	9 985,1
3	9 984,7	9 988,1	10 014,5	10 007,1	9 976,5	9 994,2
4	9 988,7	9 969,0	9 963,3	9 998,8	9 994,7	9 982,9
5	9 998,8	9 990,9	10 001,7	9 995,1	10 002,7	9 997,8
Аттестованное значение массовой доли, млн ⁻¹						9 991
Сумма квадратов отклонений результатов измерений от средних значений для каждой пробы (SS_c), млн ⁻¹						3 614
Сумма квадратов отклонений средних результатов для каждой пробы от среднего арифметического всех результатов (SS_n), млн ⁻¹						948,9
Средние квадраты отклонений результатов измерений от средних значений: – между пробами ($\overline{SS}_n$), млн ⁻¹ – для каждой пробы ($\overline{SS}_c$), млн ⁻¹						237 181
Стандартная неопределенность аттестованного значения СО от неоднородности, u_h , млн ⁻¹						10,0
Относительная стандартная неопределенность аттестованного значения СО от неоднородности, %						0,10

Таблица 6. Результаты оценки стабильности материала СО состава раствора сурьмы с номинальным значением массовой доли 10 000 млн⁻¹

Table 6. Results of the stability assessment of the RM for the composition of the antimony solution with a nominal mass fraction of 10,000 ppm

Дата	Время изохронного старения, сутки	Моделируемый период, месяц	Результаты измерений массовой доли, млн ⁻¹
11.07.2024	0	0,00	9 991,0
19.07.2024	8	4,27	9 993,2
29.07.2024	18	9,60	9 997,3
07.08.2024	28	14,93	10 002,0
16.08.2024	36	19,20	10 011,3

Окончание табл. 6

End of Table 6

Дата	Время изохронного старения, сутки	Моделируемый период, месяц	Результаты измерений массовой доли, млн ⁻¹
25.08.2024	45	24,00	10 017,5
СКО погрешностей регрессии $S(\epsilon)$, млн ⁻¹			2,599
Число степеней свободы $N-2$			4
Коэффициент Стьюдента t			2,776
Оценка СКО линии регрессии $S(\hat{X}(\tau))$, млн ⁻¹			1,867
Целевое значение срока годности, мес.			24
Стандартная неопределенность аттестованного значения СО от нестабильности, u_{st} , млн ⁻¹			15,8
Относительная стандартная неопределенность аттестованного значения СО от нестабильности, %			0,16

СО состава раствора сурьмы с номинальным значением массовой доли 10 000 млн⁻¹ (табл. 7).

В ходе проведенного исследования были разработаны СО состава растворов олова, селена и сурьмы, представляющие собой наборы из 4 типов с номинальным аттестованным значением массовой доли

и массовой концентрации элементов 10 млн⁻¹ (мг/дм³), 100 млн⁻¹ (мг/дм³), 1 000 млн⁻¹ (мг/дм³), 10 000 млн⁻¹ (мг/дм³). СО утвержденного типа внесены в ФИФ ОЕИ под номерами ГСО 12278-2023/ГСО 12281-2023 (олово), ГСО 12703-2024/ГСО 12706-2024 (селен), ГСО 12707-2024/ГСО 12710-2024 (сурьма).

Таблица 7. Бюджет неопределенности аттестованного значения СО состава раствора сурьмы с номинальным значением массовой 10 000 млн⁻¹

Table 7. Uncertainty budget of the certified value of the RM for the composition of the antimony solution with a nominal mass value of 10,000 ppm

Характеристика	Значение
Стандартная неопределенность характеристики, u_{char} , млн ⁻¹	4,27
Стандартная неопределенность аттестованного значения СО от нестабильности, u_{st} , млн ⁻¹	15,8
Стандартная неопределенность аттестованного значения СО от неоднородности, u_h , млн ⁻¹	10,0
Аттестованное значение массовой доли сурьмы, млн ⁻¹	9 991
Суммарная стандартная неопределенность аттестованного значения массовой доли сурьмы, u_c , млн ⁻¹	19
Расширенная неопределенность аттестованного значения массовой доли сурьмы, U , ($k = 2$; $P = 0,95$), млн ⁻¹	38
Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения массовой доли сурьмы, U_o , ($k = 2$; $P = 0,95$), %	0,38

Приведем метрологические характеристики разработанных СО (табл. 8).

Закключение

В статье аргументированно доказано, что разработанные СО в два раза

превосходят по точности существующие аналоги. Аттестованные значения массовой доли и массовой концентрации элементов позволяют расширить область применения СО и использовать гравиметрический метод приготовления градуировочных растворов без

Таблица 8. Метрологические характеристики СО утвержденного типа

Table 8. Metrological characteristics of CRMs

Номер ГСО	Аттестуемая характеристика	Ед. изм.	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности ($P = 0,95$), %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности ($k = 2$; $P = 0,95$), %
ГСО 12278–2023	Массовая доля олова	млн ⁻¹	8–12	±0,5	0,5
ГСО 12279–2023			80–120		
ГСО 12280–2023			800–1 200		
ГСО 12281–2023			8 000–12 000		
ГСО 12278–2023	Массовая концентрация олова	мг/дм ³	8–12	±0,5	0,5
ГСО 12279–2023			80–120		
ГСО 12280–2023			800–1 200		
ГСО 12281–2023			8 000–12 000		
ГСО 12703–2024	Массовая доля селена	млн ⁻¹	8–12	±0,5	0,5
ГСО 12704–2024			80–120		
ГСО 12705–2024			800–1 200		
ГСО 12706–2024			8 000–12 000		
ГСО 12703–2024	Массовая концентрация селена	мг/дм ³	8–12	±0,5	0,5
ГСО 12704–2024			80–120		
ГСО 12705–2024			800–1 200		
ГСО 12706–2024			8 000–12 000		
ГСО 12707–2024	Массовая доля сурьмы	млн ⁻¹	8–12	±0,5	0,5
ГСО 12708–2024			80–120		
ГСО 12709–2024			800–1 200		
ГСО 12710–2024			8 000–12 000		
ГСО 12707–2024	Массовая концентрация сурьмы	мг/дм ³	8–12	±0,5	0,5
ГСО 12708–2024			80–120		
ГСО 12709–2024			800–1 200		
ГСО 12710–2024			8 000–12 000		

предварительного определения плотности растворов. Используемые в качестве упаковки полимерные флаконы не вносят дополнительных примесей в раствор СО, что позволяет их использовать для высокочувствительных методов, например, масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой.

Авторы статьи делают акцент на клиентоориентированности описанного исследования. Так, наборы СО с различными аттестованными значениями потребителю удобны для определения олова, селена и сурьмы:

- как примесных элементов, например, в объектах окружающей среды, продуктах питания и сырье для их производства, сельскохозяйственных культурах и других средах;

- как основных компонентов, например, в продуктах металлургических производств, полупроводниковых материалах, антикоррозионных покрытиях, катализаторах и многих других.

Предназначение рассмотренных в статье СО:

- хранение и передача единиц «массовая доля компонента», «массовая концентрация компонента»;

- аттестация методик измерений;

- контроль точности результатов измерений массовой доли и массовой концентрации олова, селена и сурьмы;

- калибровка и поверка средств измерений, аттестации эталонов единиц величин;

- установление и контроль стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики средств измерений при соответствии метрологических характеристик СО требованиям методики измерений;

- контроль метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа...

...и другие виды метрологического контроля.

Прослеживаемость аттестованных значений СО к единицам «массовая доля компонента», «массовая концентрация компонента», воспроизводимым ГЭТ 176 Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии обеспечена проведением прямых измерений

на ГВЭТ 196–1 Государственном вторичном эталоне единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых материалах.

Вклад соавторов: ВострокнUTOва Е. В. – курирование исследования, обработка экспериментальных данных, работа с источниками литературы, написание чернового варианта статьи; Ивлева А. С. – проведение измерений, получение экспериментальных данных; Мигаль П. В. – разработка концепции применения эталонов сравнения высокочистых веществ для передачи единицы величины «массовая доля компонента» стандартным образцам растворов и обеспечения прослеживаемости аттестованных значений к первичному эталону; Собина Е. П. – руководство исследованием.

Contribution of the authors: Vostroknutova E. V. – supervision of the study, processing of experimental data, work with literature sources, writing a draft version of the article. Ivleva A. S. – conducting measurements, obtaining experimental data. Migal P. V. – development of the concept of using comparison standards of high-purity substances to transfer the measurement unit “mass fraction of a component” to reference materials of solutions and ensuring traceability of certified values to the primary standard. Sobina E. P. – research management.

Конфликт интересов: Автор Собина Е. П. является членом редакционной коллегии журнала «Эталон. Стандартные образцы», но не имеет никакого отношения к решению опубликовать эту статью. Статья прошла принятую в журнале процедуру рецензирования. Авторы являются сотрудниками учредителя журнала. Однако при написании рукописи статьи авторы руководствовались соображениями научной ценности полученного материала и заявляют о беспристрастности оценки полученных данных. Об иных конфликтах интересов авторы не заявляли.

Conflict of interest: Egor P. Sobina is a member of the Editorial Board of the journal “Measurement Standards. Reference Materials”, but this has nothing to do with the decision to publish this article. The article has undergone the peer review procedure adopted by the journal.

The authors are employees of the journal founder. However, the authors were guided by reasons of the scientific value of the obtained material and declare the impartiality of the assessment of the obtained data. The authors declare no other conflicts of interest.

Финансирование: Работа выполнена в рамках ГК № 120–38/2023 от 17.05.2023 на выполнение опытно-конструкторской работы по теме «Разработка и выпуск новых комплексов стандартных образцов и мер для обеспечения единства измерений по приоритетным

направлениям в целях технологического суверенитета Российской Федерации» (шифр ОКР «Суверенитет»).

Funding: The work was carried out within the Government Contract No. 120–38/2023 dated 17.05.2023 for the implementation of experimental design work on the topic “Development and production of new complexes of reference standards and measures to ensure the uniformity of measurements in the priority areas for the purposes of securing technological sovereignty of the Russian Federation” code of the Development Work “SUVERENITET”.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. High-precision double-spike Sn isotope analysis of geological materials by MC–ICP–MS / J.-X. She [et al.] // Journal of Analytical Atomic Spectrometry. 2023. Vol. 38. P. 142–155. <https://doi.org/10.1039/D2JA00339B>
2. Effect of Sn addition on microstructure and mechanical properties of sintered Ti2AlNb-based alloys / Z. Li [et al.] // Materials. 2025. Vol. 8, Iss. 3. P. 715. <https://doi.org/10.3390/ma18030715>
3. Light emission of Sn/Ge MQW pin diodes on Si / M. Oehme [et al.] // ECS Transactions. 2024. Vol. 114, Iss. 2. P. 155–163. <https://doi.org/10.1149/11402.0155ecst>
4. A high-temperature sintered cassiterite reference material for in situ determination of Sn isotope ratios / D. Zhang [et al.] // Journal of Analytical Atomic Spectrometry. 2023. Vol. 38. P. 204–211. <https://doi.org/10.1039/D2JA00362G>
5. Кузьмар И. И., Гульба Д. Ю., Кушнер Л. К. Начальные стадии электрокристаллизации покрытий оловом и сплавами олово-медь и олово-медь-ультрадисперсный алмаз // Доклады Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники. 2024. Т. 22, № 5. С. 26–32. <https://doi.org/10.35596/1729-7648-2024-22-5-26-32>
6. Пожидаева С. Д., Агеева Л. С., Иванов А. М. Металлическое олово как реагент в получении основных и средних солей олова (II) и олова (IV) // Пром-Инжиниринг : Труды III Международной научно-технической конференции, С.-Петербург – Челябинск – Новочеркасск – Владивосток, 16–19 мая 2017 года. С.-Петербург – Челябинск – Новочеркасск – Владивосток : Издательский центр ЮУрГУ, 2017. С. 106–111.
7. Никулкина В. П., Бокштейн Б. С. Исследование объемной и зернограничной диффузии олова в сплавах медь-олово // Известия Российской академии наук. Серия физическая. 2020. Т. 84, № 7. С. 1040–1043. <https://doi.org/10.31857/S0367676520070224>
8. Морачевский А. Г. Системы литий-селен и натрий-селен: термодинамические свойства и перспективы применения в химических источниках тока (обзор) // Журнал прикладной химии. 2016. Т. 89, № 7. С. 846–856.
9. Арсланов Д. Э., Махмудов М. А. Возможности использования жидких полупроводниковых систем германий-селен, сурьма-селен и германий-селен, висмут-селен в качестве высокотемпературных термосопротивлений // Неделя науки – 2015 : Сборник тезисов докладов XXXVI Итоговой научно-технической конференции преподавателей, сотрудников, аспирантов и студентов ФГБОУ ВО «Дагестанский государственный технический университет», Махачкала, 21–25 апреля 2015 года / Под ред. Т. А. Исмаилова. Махачкала : Издательство КИТ, 2015. С. 280–281.
10. Варламова Е. Г. Микроэлемент селен: уникальные свойства, встречаемость в природе, ключевые функции селен-содержащих соединений, роль в здоровье: монография. Москва : РУСАЙНС, 2018. 88 с.
11. Полубояринов П. А., Елистратов Д. Г., Швец В. И. Метаболизм и механизм токсичности селенсодержащих препаратов, используемых для коррекции дефицита микроэлемента селена // Тонкие химические технологии. 2019. Т. 14, № 1. С. 5–24. <https://doi.org/10.32362/2410-6593-2019-14-1-5-24>
12. Kaniowska L. V. Selenium, a trace element, and possibilities of its application in pathology of internal organs // Colloquium-journal. 2024. Iss. 12–1(171). P. 9–12. <https://doi.org/10.24412/2520-6990-2023-12171-9-12>
13. The relationship between selenium and viral / J. Li [et al.] // Interdisciplinary Medicine. 2025. Vol. 3, Iss. 2. P. 1–15. <https://doi.org/10.1002/INMD.20240074>
14. A summary of smelting and secondary recovery process of antimony / K. Liang [et al.] // JOM. 2025. Vol. 77. P. 2666–2683. <https://doi.org/10.1007/s11837-024-07115-y>
15. Wu L., Tan C.-H., Ye X. Applications of antimony in catalysis // ACS Organic & Inorganic Au. 2025. Vol. 5, Iss. 1. P. 13–25. <https://doi.org/10.1021/acsorginorgau.4c00072>

16. Разработка и испытания стандартного образца массовой доли никеля (II) в растворе / П. В. Мигаль [и др.] // Стандартные образцы. 2013. № 3. С. 39–44.
17. К вопросу о применении чистых неорганических веществ в метрологии аналитических измерений / С. В. Медведевских [и др.] // Стандартные образцы. 2014. № 3. С. 58–67.
18. Конопелько Л. А., Мигаль П. В., Собина Е. П. Разработка эталонов сравнения в виде металлов высокой чистоты // Стандартные образцы. 2019. Т. 15, № 2. С. 15–24. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-2-15-24>
19. Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах / Е. М. Горбунова [и др.] // Измерительная техника. 2013. № 7. С. 11–13.
20. Мигаль П. В. Разработка и исследования эталонов сравнения в виде чистых металлов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) для повышения точности характеристики стандартных образцов растворов химических элементов : специальность 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение» : дисс. ... канд. техн. наук / Мигаль П. В.; УНИИМ. Екатеринбург, 2019. 133 с. Место защиты: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. URL: <https://www.vniim.ru/files/diss-migal-1.pdf> (дата обращения: 15.01.2025).
21. Алгоритмы оценивания однородности стандартных образцов состава и свойств дисперсных и монокристаллических материалов / Е. П. Собина [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 77–91. <https://doi.org/10.20915/2077.1177.2023.19.3-77-91>
22. Об оценке стабильности стандартных образцов / П. В. Мигаль [и др.] // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 3. С. 65–75. <https://doi.org/10.20915/2077.1177.2023.19.3-65-75>

REFERENCES

1. She J.-X., Li W., An S., Cai Y. High-precision double-spike Sn isotope analysis of geological materials by MC-ICP-MS. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. 2023;38:42–155. <https://doi.org/10.1039/D2JA00339B>
2. Li Z., Zhang Y., Yan X., Xia G., Yu Q., Li X. et al. Effect of Sn addition on microstructure and mechanical properties of sintered Ti₂AlNb-Based alloys. *Materials*. 2025;8(3):715. <https://doi.org/10.3390/ma18030715>
3. Oehme M., Hack M., Starz L., Darwish H., Spieth C., Schaefer S. C. et al. Light emission of Sn/Ge MQW pin diodes on Si. *ECS Transactions*. 2024;114(2):155–163. <https://doi.org/10.1149/11402.0155ecst>
4. Zhang D., Bao Z., Liu P., Brüggemann G., Yang W., Chen K. et al. A high-temperature sintered cassiterite reference material for in situ determination of Sn isotope ratios. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. 2023;38:204–211. <https://doi.org/10.1039/D2JA00362G>
5. Kuzmar I. I., Gulpa D. Y., Kushner L. K. Initial stages of electrocrystallization of coatings with tin and tin-copper and tin-copper-ultradisperse diamond alloys. *Doklady BGUIR*. 2024;22(5):26–32. (In Russ.). <https://doi.org/10.35596/1729-7648-2024-22-5-26-32>
6. Pozhidaeva S. D., Ageeva L. S., Ivanov A. M. The metallic tin as a reagent in the preparation of normal and basic salts of tin (II) and tin (IV). In: *Prom-Engineering: Proceedings of the III international scientific and technical conference*, 16–19 May 2017, St. Petersburg-Chelyabinsk-Novocherkassk-Vladivostok. St. Petersburg-Chelyabinsk-Novocherkassk-Vladivostok: Izdatel'skii tsentr IuUrGU, 2017. pp. 106–111. (In Russ.).
7. Nikulkina V. P., Bokshstein B. S. Investigating bulk and grain boundary diffusion of tin in copper–tin alloys. *Izvestiya Rossiiskoi Akademii Nauk. Seriya Fizicheskaya*. 2020;84(7):1040–1043. (In Russ.). <https://doi.org/10.31857/S0367676520070224>
8. Morachevskii A. G. Lithium–selenium and sodium–selenium systems: thermodynamic properties and prospects for use in chemical current sources. *Zhurnal Prikladnoi Khimii*. 2016;89(7):846–856. (In Russ.).
9. Arslanov D. E., Makhmudov M. A. Possibilities of using liquid semiconductor systems germanium–selenium, antimony–selenium and germanium–selenium, bismuth–selenium as high-temperature thermal resistors. In: *Science Week – 2015: Collection of abstracts of reports of the XXXVI final scientific and technical conference of teachers, staff, graduate students and students of the Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education “Dagestan State Technical University”*, 21–25 April 2015, Makhachkala. Makhachkala: Izdatelstvo KIT; 2015. P. 280–281. (In Russ.).
10. Varlamova E. G. Microelement selenium: unique properties, occurrence in nature, key functions of selenium-containing compounds, role in health: monograph. Moscow: RUSAINS; 2018. 88 p. (In Russ.).
11. Poluboyarinov P. A., Elistratov D. G., Shvets V. I. Metabolism and mechanism of toxicity of selenium-containing supplements used for optimizing human selenium status. *Fine Chemical Technologies*. 2019;14(1):5–24. (In Russ.). <https://doi.org/10.32362/2410-6593-2019-14-1-5-24>
12. Kaniovskaya L. V. Selenium, a trace element, and possibilities of its application in pathology of internal organs. *Colloquium-Journal*. 2024;(12–1(171)):9–12. <https://doi.org/10.24412/2520-6990-2023-12171-9-12>
13. Li J., Lai J., Zeng Y., Zhu B., Li Y. The relationship between selenium and viral. *Interdisciplinary Medicine*. 2025;3(2):1–15. <https://doi.org/10.1002/INMD.20240074>

14. Liang K., Ma B., An Y., Zhang Y., Chen Y., Wang C. A summary of smelting and secondary recovery process of antimony. *JOM*. 2025;77:2666–2683. <https://doi.org/10.1007/s11837-024-07115-y>
15. Wu L., Tan C.-H., Ye X. Applications of antimony in catalysis. *ACS Organic & Inorganic Au*. 2025;5(1):13–25. <https://doi.org/10.1021/acsorginorgau.4c00072>
16. Migal P. V., Gorbunova E. M., Sobina E. P., Tabatchikova T. N. Development and testing of a reference material of nickel (II) mass fraction in solution. *Reference Materials*. 2013;(3):39–44. (In Russ.).
17. Medvedevskikh S. V., Sobina E. P., Migal P. V., Goryaeva L. I., Gorbunova E. M., Tabatchikova T. N. et al. On the use of pure inorganic substances in metrology of analytical measurements. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2014;(3):58–67. (In Russ.).
18. Konopelko L. A., Migal P. V., Sobina E. P. Development of transfer measurement standards in the form of high-purity metals. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2019;15(2):15–24. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-2-15-24>
19. Gorbunova E. M., Goryaeva L. I., Medvedevskikh S. V., Migal P. V., Paneva V. I., Sobina E. P. et al. National secondary standard for the units of mass fraction and mass (molar) concentration of metals in liquids and solid substances and materials. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2013;56(7):743–746. (In Russ.).
20. Migal P. V. Development and research of comparison standards in the form of pure metals (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) to improve the accuracy of characterization of standard samples of solutions of chemical elements Cand. Sci. (Eng.) sci. diss., VNIIM. Available at: <https://www.vniim.ru/files/diss-migal-1.pdf>. [Accessed: 15 January 2025]. (In Russ.).
21. Sobina E. P., Aronov P. M., Migal P. V., Kremleva O. N., Studenok V. V., Firsanov V. A. et al. Algorithms for homogeneity testing of reference materials of dispersed and solid materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):77–91. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-77-91>
22. Migal P. V., Sobina E. P., Aronov P. M., Kremleva O. N., Studenok V. V., Firsanov V. A. et al. On the stability testing of reference materials. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(3):65–75. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-3-65-75>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Вострокнутова Елена Владимировна – заместитель заведующего лабораторией метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: VostroknutovaEV@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-4336-4800>

Ивлева Анастасия Сергеевна – инженер лаборатории метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: IvlevaAS@uniim.ru

Мигаль Павел Вячеславович – канд. техн. наук, заместитель директора филиала по науке УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», заведующий лабораторией математического моделирования измерительных процессов и систем
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: mig@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1951-9868>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena V. Vostroknutova – Deputy Head of the Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: VostroknutovaEV@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-4336-4800>

Anastasiya S. Ivleva – Engineer of the Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: IvlevaAS@uniim.ru

Pavel V. Migal – Cand. Sci. (Eng.), Deputy Director of the Branch for Science, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Head of the Laboratory for Mathematical Modeling of Measuring Processes and Systems
4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: mig@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0003-1951-9868>

Собина Егор Павлович – д-р техн. наук, директор УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», заведующий лабораторией метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов, член-корреспондент Метрологической академии
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: 251@uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-8489-2437>

Egor P. Sobina – Dr. Sci. (Eng.), Director, UNIIM – Affiliated Branch of the D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Head of the Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials

4 Krasnoarmeyskaya st., Yekaterinburg, 620075, Russia
e-mail: sobina_egor @uniim.ru
<https://orcid.org/0000-0001-8489-2437>