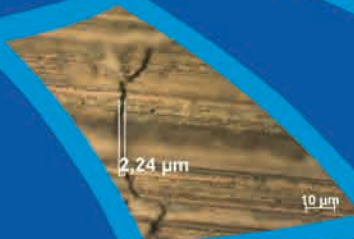


ISSN 2077-1177

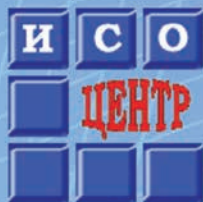
Стандартные образцы

Том Vol 13

№ 1
2017



Reference
Materials



ИСО-Центррегионсервис

**Стандартные образцы состава веществ черной и цветной металлургии
русского и зарубежного производства**

ООО «ИСО-Центррегионсервис» с 2000 года поставляет стандартные образцы состава веществ и материалов для черной, цветной металлургии и других отраслей.



Предлагаемый спектр продукции нам позволяет расширять сотрудничество со многими отечественными и зарубежными предприятиями, выпускающими стандартные образцы.



На протяжении более десяти лет ООО «ИСО-Центррегионсервис» является в России официальным дистрибьютором ведущих производителей стандартных образцов MBN Analytical Ltd. (Великобритания) и Brammer Standard Company, Inc. (США).

В числе наших партнеров также: Techlab (Франция), HRT Labortechnik GMBH и Fluxana GMBH (Германия), Alpha Resources и Analytical Reference Materials International (США), BAS (Великобритания), Suisse Technology Partners (Швейцария), NCS (Китай) и многие другие производители стандартных образцов

**Будем рады видеть вас среди наших партнеров
и потребителей**

ООО «ИСО-Центррегионсервис»
115598, г. Москва, ул. Загорьевская, д. 10, корп. 4
Тел./факс: (495) 675-67-87, (495) 956-18-58
E-mail: lipsky@comail.ru; contact@gsometal.ru
www.gsometal.ru

Том/Vol. 13 № 1, 2017

«СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ»

Ежеквартальный научно-технический
журнал

УЧРЕДИТЕЛЬ И ИЗДАТЕЛЬ:
ФГУП «Уральский научно-исследовательский
институт метрологии»
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

ТИПОГРАФИЯ:
ЗАО «АТгрупп»
620082, г. Екатеринбург, Сибирский тракт, 12,
корп. 3, офис 102

РЕДАКЦИЯ:
620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
Телефон, факс: + 7 (343) 350-72-42,
350-60-68

Издается с 1995 года
Периодичность издания – 4 раза в год

Подписной индекс в каталоге агентств
«Пресса России» — 10263

e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.elpub.ru

“Standartnye obrazcy” = “REFERENCE MATERIALS”

Quarterly scientific and technical journal

FOUNDER & PUBLISHER:
Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
4 Krasnoarmeiskaya St., Ekaterinburg, 620075,
the Russian Federation

PRINTING HOUSE:
“ATgroup”
Office 102, bld 3, 12 Sibirskiy Rd, Ekaterinburg, 620082,
the Russian Federation

EDITORIAL OFFICE:
4 Krasnoarmeiskaya St., Ekaterinburg, 620075,
the Russian Federation
Telephone, fax: +7 (343) 350-72-42,
350-60-68

Published since 1995
Publication frequency: quarterly

Subscription index in catalogue of agencies
«Pressa Rossij» — 10263

При цитировании ссылка на журнал «Стандартные образцы» обязательна.
Перепечатка материалов полностью или частично, предпринимаемая в образовательных
или исследовательских целях, возможна только со ссылкой на выходные данные журнала
с обязательным указанием правообладателя и имен авторов статей.

Подписано в печать 27.06.2017. Дата выхода в свет 01.07.2017.

Формат 80 × 108¹/₁₆. Печать офсетная.

Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 9,2

Тираж 200 экз. Заказ № 289

© «Стандартные образцы», 2017
© “Reference Materials”, 2017

Журнал «**Стандартные образцы**» имеет тематическую направленность и публикует результаты фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов на территории Российской Федерации и за рубежом.

Приоритетные задачи и направления журнала состоят в создании открытой площадки для обмена научной информацией, отражающие научные взгляды, результаты и достижения фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов, а также для популяризации вопросов, связанных со стандартными образцами как технической и нормативно-методической основы, необходимой для обеспечения единства и точности измерений.

Публикуемые материалы, соответствуют группе специальностей:

01.04.00 – физика;

05.11.00 – приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы;

02.00.00 – химические науки

по следующим темам:

- методы химического анализа (химические и физико-химические методы, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др);
- аналитические приборы;
- математическое обеспечение химического анализа;
- метрологическое обеспечение химического анализа;
- создание новых научных, технических и нормативно-методических решений, обеспечивающих повышение качества продукции;
- проведение фундаментальных научных исследований по изысканию и использованию новых физических эффектов с целью создания новых и совершенствования существующих методов и средств измерений высшей точности;
- совершенствование системы обеспечения единства измерений в стране;
- разработка и внедрение новых государственных эталонов единиц физических величин, позволяющих существенно повысить единство и точность измерений.

Журнал принимает к публикации передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы статей, опубликованных в зарубежных журналах (при согласии правообладателя на перевод и публикацию); обзоры; комментарии и отчеты о мероприятиях.

В журнале может быть опубликован любой автор, независимо от места проживания, национальности и наличия ученой степени, представивший ранее не опубликованный материал, не предназначенный к одновременной публикации в других изданиях. Прием статей для публикации в журнале осуществляется в постоянном режиме.

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

- Разработка и производство стандартных образцов
- Применение стандартных образцов
- Сличения стандартных образцов
- Современные методы анализа веществ и материалов

Методические материалы. Нормативы. Стандарты. Международные стандарты

Переводы

Материалы конференций

Информация. Новости. События

Журнал осуществляет научное рецензирование («двустороннее слепое») всех поступающих в редакцию материалов с целью экспертной оценки.

Все рецензенты являются признанными специалистами по тематике рецензируемых материалов. Рецензии хранятся в издательстве и редакции в течение 5 лет.

Редакция журнала направляет авторам представленных материалов копии рецензий или мотивированный отказ в публикации.

Редакция журнала направляет копии рецензий в Министерство образования и науки Российской Федерации при поступлении соответствующего запроса.

Журнал придерживается стандартов редакционной этики в соответствии с международной практикой редактирования, рецензирования, изданий и авторства научных публикаций и рекомендациями Комитета по этике научных публикаций.

Статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

Плата за публикацию статей не взимается. Авторский гонорар не выплачивается.

Автор статьи, разместивший материалы, получает печатный экземпляр журнала и дополнительную электронную версию статьи.

За достоверность информации, опубликованной в статьях и рекламных материалах, а также за то, что в материалах не содержится данных, не подлежащих открытой публикации, ответственность несут авторы и рекламодатели.

Точка зрения редакции может не совпадать с мнением авторов.

Журнал входит:

в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук;

Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;

Базы данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН)

Журнал индексируется и архивируется:

в Российской государственной библиотеке;

Российском индексе научного цитирования (РИНЦ);

электронной библиотеке «КиберЛенинка»

Журнал является членом Cross Ref.

Материалы журнала доступны по лицензии
Creative Commons “Attribution” («Атрибуция») 4.0 Всемирная



“Reference Materials” has a thematic focus and publishes results of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials on the territory of the Russian Federation and abroad.

Priority tasks and areas of the journal consist in creating an open platform for the exchange of scientific information reflecting scientific views, results and achievements of basic and applied research of specialists working in the sphere of metrology and interdisciplinary sciences related to the issues of reference materials, as well as promotion of issues related to reference materials as a technical, regulatory and guidance base necessary for assuring uniformity and accuracy of measurements.

The published materials correspond to the group of specialties:

01.04.00 – physics;

05.11.00 – instrument making, metrology and information-measuring instruments and systems;

02.00.00 – chemistry

on the following topics:

- methods of chemical analysis (chemical and physico-chemical methods, atomic and molecular spectroscopy, chromatography, x-ray spectroscopy, mass spectrometry, nuclear-physical methods of analysis, etc.);
- analytical instruments;
- mathematical support for chemical analysis;
- metrological assurance of chemical analysis;
- creating new scientific, technical, regulatory and guidance solutions ensuring enhancement of product quality;
- conducting basic scientific research into discovery and use of new physical effects in order to create new and perfect existing measurement methods and instruments of the highest accuracy;
- perfecting the system of measurement uniformity assurance in the country;
- developing and implementing new state measurement standards of measurement units allowing to increase uniformity and accuracy of measurements considerably.

The journal accepts for publication editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Any author who submits a manuscript that has not been published before and that is not intended for simultaneous publication in other periodicals can be published in the journal irrespective of the author's place of residence, nationality and having an academic degree or not. Reception of articles for publication in the journal is implemented on an ongoing basis.

SECTIONS:

Editorial

Scientific and methodological approaches, concepts

Original papers

- Development and production of reference materials
- Use of reference materials
- Measurement standards
- Comparisons of reference materials
- Modern methods of analyzing substances and materials

Guidance papers

Norms. Standards

International standards

Translations

Conference proceedings
Info. News. Events

For complex expert evaluation, all manuscripts undergo “double-blind” review.

All reviewers are acknowledged experts in areas they are responsible for. Reviews are stored in the publishing house and the editorial office for 5 years.

The editorial staff sends the authors of the submitted materials copies of reviews or a substantiated refusal.

The editorial staff of the journal forwards copies of reviews to the Ministry of Education and Science of the Russian Federation by request.

The journal follows the standards of editorial ethics in line with the international practice of editing, reviewing, publishing, authorship of scientific publications and recommendations of the Committee on Publication Ethics.

Papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

There is no publication or royalty fee.

An author who submitted a paper gets a printed version of the journal and an extra electronic version of the paper.

Authors and advertisers bear responsibility for the reliability of information in the published papers and advertising materials, as well as for the absence of data in the materials that are not subject to open publication.

The opinions expressed by authors in the journal do not necessarily reflect those of the editorial staff.

The journal is a part of the list of Russian reviewed scientific journals in which main scientific results of doctorate and candidate thesis works should be published.

International directory of scientific publications

Ulrichsweb Global Serials Directory;

The database of the All-Russian Institute for Scientific and Technical Information
of the Russian Academy of Sciences (VINITI RAS)

The journal is indexed and archived in:

the Russian State Library

Russian Science Citation Index (RSCI)

electronic library “CyberLeninka”

The journal is a member of Cross Ref

The materials of the journal are available under
Creative Commons “Attribution” 4.0 license



ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Медведевских Сергей Викторович

канд. техн. наук, директор ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»), г. Екатеринбург, Российская Федерация

ЗАМЕСТИТЕЛИ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

Кремлёва Ольга Николаевна

и.о. заведующего отделом Государственной службы стандартных образцов ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, Российская Федерация

Собина Егор Павлович

канд. хим. наук, зам. директора по инновациям, заведующий лабораторией метрологического обеспечения и наноиндустрии ФГУП «УНИИМ», член-корреспондент Метрологической академии, г. Екатеринбург, Российская Федерация

РЕДАКТОР

Сергеева Анна Сергеевна

канд. хим. наук, научный сотрудник ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, Российская Федерация

ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ

Тараева Наталия Сергеевна

ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, Российская Федерация

КОРРЕКТОР

Шарлай М. Л.

ПЕРЕВОДЧИК

Квеглис Анна Викторовна
ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, Российская Федерация

ВЫПУСКАЮЩИЙ РЕДАКТОР

Овчинникова Н.А.

ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ

Наймушина С.Н.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ:

Илья Кусельман

д-р техн. наук, независимый консультант в области метрологии, Израиль

Атанов Александр Николаевич

канд. хим. наук, генеральный директор ООО «Центр стандартных образцов и высокочистых веществ», заслуженный химик РФ, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

Барановская Василиса Борисовна

д-р техн. наук, старший научный сотрудник ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук»; эксперт Отделения качества и аналитики АО Государственного научно-исследовательского института редкометаллической промышленности «Гиредмет»; ведущий научный сотрудник, доцент Национального исследовательского технологического университета «МИСИС», г. Москва, Российская Федерация

Васильева Ирина Евгеньевна

д-р техн. наук, заведующий лабораторией Института геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, г. Иркутск, Российская Федерация

Волкова Рауза Асхатовна

д-р биол. наук, начальник лаборатории молекулярно-биологических и генетических методов испытаний Испытательного центра экспертизы качества медицинских иммунобиологических препаратов ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения Росздравнадзора» Минздрава России, г. Москва, Российская Федерация

Дидик Юрий Иванович

заведующий отделом метрологии электрических и магнитных измерений ФГУП «УНИИМ», эксперт-метролог, г. Екатеринбург, Российская Федерация

Донбаева Вера Алексеевна

ведущий эксперт РГП «Казахстанский институт метрологии» (КазИнМетр), г. Алматы, Казахстан

Добровинский Игорь Евсеевич

канд. техн. наук, член-корреспондент Метрологической академии, г. Екатеринбург, Российская Федерация

Казанцев Вячеслав Васильевич

канд. хим. наук, заместитель директора по научной работе ФГУП «УНИИМ», член-корреспондент Метрологической академии, г. Екатеринбург, Российская Федерация

Кулев Дмитрий Христофорович

д-р техн. наук, профессор, заместитель директора по научной работе ГНУ ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых добавок» Россельхозакадемии, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

Осинцева Елена Валерьевна

канд. хим. наук, заместитель директора по научной и методической работе ООО «Югра-ПГС», доцент Департамента фундаментальной и прикладной химии Института естественных наук и математики Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Сургут, Российская Федерация

Панева Вера Ивановна

канд. техн. наук, член-корреспондент Метрологической академии, г. Екатеринбург, Российская Федерация

Степановских Валерий Васильевич

канд. техн. наук, директор ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Российская Федерация

CHIEF EDITOR:**Sergei V. Medvedevskikh**

Cand. Sci. (Eng.), Director of Ural Research Institute
for Metrology (UNIIM), Ekaterinburg, the Russian Federation

DEPUTY CHIEF EDITOR:**Olga N. Kremleva**

Acting Head of State Service of Reference Materials,
UNIIM,
Ekaterinburg, the Russian Federation

Egor P. Sobina

Cand. Sci. (Chem.), Deputy Director for Innovation,
Head of laboratory of metrological assurance and nanoindustry,
UNIIM, corresponding member of the Russian Academy of Metrology,
Ekaterinburg, the Russian Federation

EDITOR:**Anna S. Sergeeva**

Cand. Sci. (Chem.), research associate UNIIM,
Ekaterinburg, the Russian Federation

EXECUTIVE SECRETARY:**Natalia S. Taraeva**

UNIIM, Ekaterinburg,
the Russian Federation

PROOF-READER:**M. L. Sharlay****TRANSLATOR:**

Ann V. Kveglis
UNIIM, Ekaterinburg,
the Russian Federation

MAKE-UP EDITOR:**N.A. Ovchinnikova****LAYOUT, COLOUR CORRECTION:****S.N. Naimushina****EDITORIAL BOARD:****Ilya Kuselman**

Dr. Sci. (Eng.),
Independent Consultant on Metrology, Israel

Alexander N. Atanov

Cand. Sci. (Chem.), Director General of Center of Reference Materials
and High-Purity Substances, Honoured Chemist of the Russian
Federation, Saint Petersburg, the Russian Federation

Vasilisa B. Baranovskaia

Dr. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Kurnakov Institute of General
and Inorganic Chemistry of the Russian Academy of Sciences
(IGIC RAS); Expert, Department of Analytics and Quality,
State Research Institute for the Rare Metal Industry "GIREDMET";
Leading Researcher, Associate Professor,
the National University of Science and Technology "MISiS",
Moscow, the Russian Federation.

Irina E. Vasileva

Dr. Sci. (Eng.), Head of the laboratory, A.P. Vinogradov Institute
of Geochemistry SB RAS
Irkutsk, the Russian Federation

Rauza A. Volkova

Dr. Sci. (Biol.), Head of the Laboratory of Biomolecular
and Genetic Testing Methods, the Centre for Expert Evaluation
and Control of Medical Immuno-biological Preparations,
"Scientific Centre for expert evaluation of Medical Products",
Russian Ministry of Health, Moscow, the Russian Federation

Vera A. Donbaeva

Leading Expert, Kazakhstan Institute of Metrology, Almaty,
Kazakhstan

Dmitriy Kh. Kulev

Dr. Sci. (Eng.), Professor, Science Deputy Director,
All-Russia Research Institute for Food Additives, the Russian Academy
of Agricultural Sciences, Saint Petersburg, the Russian Federation

Elena V. Osintseva

Cand. Sci. (Chem.), Deputy Director for Scientific
and Methodological Work, "Yugra-PGS". Associate Professor
with the Department of Fundamental and Applied Chemistry
at the Institute of Natural Sciences and Mathematics of the Ural Federal
University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,
Surgut, the Russian Federation

Valeriy V. Stepanovskikh

Cand. Sci. (Eng.), Director, Institute for Reference Materials
Ekaterinburg, Russia

Yuriy I. Didik

Leading Researcher, UNIIM, Expert on Metrology, Ekaterinburg,
the Russian Federation

Igor E. Dobrovinskiy

Cand. Sci. (Eng.), corresponding member of the Russian Academy
of Metrology, Ekaterinburg, the Russian Federation

Viacheslav V. Kazantsev

Cand. Sci. (Chem.), Science Deputy Director, UNIIM, corresponding
member of the Russian Academy of Metrology, Ekaterinburg,
the Russian Federation

Vera I. Paneva

Cand. Sci. (Eng.), corresponding member of the Russian Academy
of Metrology Ekaterinburg, the Russian Federation

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

- РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов состава на основе жидкостной и газовой хроматографии 9
Шохина О.С., Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П., Макарова С.Г., Крылов А.И., Ткаченко И.Ю., Михеева А.Ю.
- **Разработка стандартного образца минерального состава воды природной, предназначенного для контроля точности измерений мутности** 27
Горяева Л.И., Лебедева Е.Л.
- ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
Определение возможности применения неметаллических контрольных образцов для оценки работоспособности дефектоскопических материалов и оценки чувствительности капиллярного контроля 37
Лобанова И.С., Калининченко А.Н., Калининченко Н.П., Камышева Е.Н.
- СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ
Современные методы анализа и средства измерения сорбционных свойств магнитосорбентов 43
Долбня И.В., Татаринцева Е.А., Козьмич К.В., Комиссаренко М.В., Захаревич А.М.

МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ

- EURACHEM В РОССИИ
Международное нормативно-методическое взаимодействие в области метрологии аналитических измерений – Eurachem в России 57
Медведевских М. Ю., Барановская В. Б.
- ИСО/РЕМКО
Обзор официальных переводов на русский язык документов ИСО/РЕМКО 61
Кремлёва О.Н.

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

- ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ
Валидация методов испытаний, человеческие ошибки и неопределенность результатов измерений 63
Кусельман И.
- **Всероссийская научно-техническая конференция «Метрология физико-химических измерений»** 67
- **Всероссийская конференция с международным участием, посвященная 60-летию Института геохимии СО РАН и 100-летию со дня рождения Л.В. Таусона «Современные направления развития геохимии»** 68
- **Международная научно-практическая конференция «Измерения: состояние, перспективы развития»** 69
- БИБЛИОТЕКА
Обзор публикаций по стандартным образцам 71
Добровинский И.Е., Тараева Н.С.
- ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
Сведения о новых типах стандартных образцов 79
Агишева С.А.
- **Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен** 86
Агишева С.А.

ORIGINAL PAPERS

- DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS
Development of the state secondary measurement standard and certified reference materials for composition on the basis of liquid and gas chromatography 9
Olga S. Shokhina, Maria Yu. Medvedevskikh, Maria P. Krasheninina, Svetlana G. Makarova, Anatoliy I. Krylov, Irina Yu. Tkachenko, Alena Yu. Mikheeva
- **Development of certified reference material of mineral composition of natural water designed to control of turbidity measurement accuracy** 27
Liudmila I. Gorjaeva, Elena L. Lebedeva
- THE USE OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS
Possibility of using non-metallic check samples to assess the performance of penetrant materials and the sensitivity of penetrant testing 37
Irina S. Lobanova, Aleksey N. Kalinichenko, Nikolay P. Kalinichenko, Ekaterina N. Kamysheva
- MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS
Modern methods of analysis and instruments measuring sorption properties of magnetic sorbents 43
Inna V. Dolbnya, Elena A. Tatarintseva, Christina V. Kozmich, Maria V. Komissarenko, Andrey M. Zakharevich

GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS. INTERNATIONAL STANDARDS

- EURACHEM IN RUSSIA
International regulatory and methodological cooperation in the sphere of metrology of analytical measurements – Eurachem in Russia 57
Maria Yu. Medvedevskikh, Vasilisa B. Baranovskaja
- ISO/REMCO
Overview of official translations of ISO/REMCO documents into Russian 61
Olga N. Kremleva

INFO. NEWS. EVENTS

- OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS
Validation of test methods, human errors and measurement uncertainty of results 63
Ilya Kuselman
- **All-Russian scientific and technical conference “Metrology of physicochemical measurements”** 67
- **All-Russian conference with international participation, devoted to the 60th anniversary of the Institute of Geochemistry SB RAS and the 100th anniversary of L.V. Tauson’s birth “Modern areas for developing geochemistry”** 68
- **International scientific and practical conference “Measurements: current state, development prospects”** 69
- LIBRARY
Overview of publications on reference materials 71
Igor E. Dobrovinskiy, Natalia S. Taraeva
- ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF REFERENCE MATERIALS OF APPROVED TYPE
Data on new reference materials approved in 2017 79
Svetlana A. Agisheva
- **Data on reference materials of approved type the period of validity of which has been extended** 86
Svetlana A. Agisheva

■ РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-1-9-26

УДК 543.544:53.089.68

РАЗРАБОТКА ГОСУДАРСТВЕННОГО ВТОРИЧНОГО ЭТАЛОНА И СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА НА ОСНОВЕ ЖИДКОСТНОЙ И ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

© Шохина О.С.^а, Медведевских М.Ю.^а, Крашенинина М.П.^а, Макарова С.Г.^а,
Крылов А.И.^б, Ткаченко И.Ю.^б, Михеева А.Ю.^б

^а ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
E-mail: lab241@uniim.ru

^б ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
г. Санкт-Петербург, Российская Федерация
E-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Поступила в редакцию 2 марта 2017 г., после доработки – 30 марта 2017 г.

Принята к публикации 3 апреля 2017 г.

Статья посвящена разработке государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии. В работе представлен состав государственного вторичного эталона, а также представлены результаты оценивания метрологических характеристик. Рассмотрена проблема обеспечения требования прослеживаемости результатов измерений до единиц СИ. Предложено два подхода получения единицы от государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208–2014: методом сличений и с помощью эталонов сравнения. Приведены примеры реализации указанных подходов, использованные в ходе разработки стандартных образцов токсичных веществ, а именно стандартного образца состава п,п-ДДТ (п,п-ДДТ СО УНИИМ) и состава раствора бенз(α)пирена в ацетонитриле (C₂₀H₁₂ СО УНИИМ). Описаны результаты установления метрологических

Ссылка при цитировании:

Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов состава на основе жидкостной и газовой хроматографии / О.С. Шохина [и др.] // Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 1. С. 9–26. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-9-26.

For citation:

Shokhina O. S., Medvedevskikh M.Yu., Krasheninina M.P., Makarova S.G., Krylov A.I., Tkachenko I.Yu., Mikheeva A.Yu. Development of the state secondary measurement standard and certified reference materials for composition on the basis of liquid and gas chromatography. *Standartnye obrazcy = Reference materials*, 2017, vol. 13, no. 1, pp. 9–26. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-9-26 (In Russ.).

характеристик стандартных образцов, включая стандартную неопределенность, обусловленную способом определения аттестованного значения, а также стандартные неопределенности от неоднородности, кратковременной и долговременной нестабильности.

Ключевые слова: эталоны, стандартные образцы, газовая хроматография, жидкостная хроматография, прослеживаемость результатов измерений, стандартный образец состава *p,p*-ДДТ, стандартный образец состава раствора бенз(α)пирена в ацетонитриле, токсичные вещества

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-1-9-26

DEVELOPMENT OF THE STATE SECONDARY MEASUREMENT STANDARD AND CERTIFIED REFERENCE MATERIALS FOR COMPOSITION ON THE BASIS OF LIQUID AND GAS CHROMATOGRAPHY

© Olga S. Shokhina^a, Maria Yu. Medvedevskikh^a, Maria P. Krasheninina^a, Svetlana G. Makarova^a, Anatoliy I. Krylov^b, Irina Yu. Tkachenko^b, Alena Yu. Mikheeva^b

^aUral Research Institute for Metrology (UNIIM)
Ekaterinburg, the Russian Federation
e-mail: lab241@uniim.ru

^bD.I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM),
St. Petersburg, the Russian Federation
e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Received – March 2, 2017; Revised – March 30, 2017
Accepted for publication – April 3, 2017

*The article is devoted to the development of the state secondary measurement standard of mass fraction units and mass (molar) concentration of organic components in liquid and solid substances and materials based on gas and liquid chromatography. The composition of the state secondary measurement standard, as well as the results of evaluating metrological characteristics have been considered. The problem of ensuring the traceability of measurement results to SI units is given in the article. Two approaches are proposed for obtaining a unit from the state primary standard of mass (molar) fraction units and mass (molar) concentration of organic components in liquid and solid substances and materials based on liquid and gas chromatography-mass spectrometry with isotopic dilution and gravimetry GET 208–2014: by comparing and using transfer standards. Examples of implementing the indicated approaches used during the development of reference materials of toxic substances, namely a certified reference material for composition of *p,p*-DDT (*p,p*-DDT, CRM of UNIIM) and a certified reference material for composition of benz(α)pyrene solution in acetonitrile (C₂₀H₁₂, CRM of UNIIM) are given. Results of determining metrological characteristics of reference materials including standard uncertainty due to characterization and standard uncertainties due to inhomogeneity, short and long-term instabilities are described.*

Key words: measurement standards, certified reference materials, gas chromatography, liquid chromatography, traceability of measurement results, CRM for composition of *p,p*-DDT, CRM for composition of benz(α)pyrene solution in acetonitrile, toxic substances

Введение

Непрерывное развитие органического синтеза, в особенности на базе нефти, природного газа и угля, рост производства полимеров, элементоорганических соединений, биологически активных препаратов для медицины, сельского хозяйства, запросы биологии, органической химии, требования охраны окружающей среды – все это предполагает развитие органического анализа [1, 2].

Существующая потребность в метрологическом обеспечении результатов органического анализа привела в 2014 году к созданию государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии (далее ГЭТ 208–2014)¹, а также к разработке поверочной схемы, регламентирующей систему передачи единиц в области органического анализа [3]. Метрологические характеристики ГЭТ 208–2014 представлены в табл. 1.

¹ ГЭТ 208–2014. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/08_standard/2list.aspx?z=&n=208-2014&r=.

На основе анализа измерительных потребностей в области органического анализа составлен перечень приоритетных направлений измерительных химико-аналитических задач, реализуемых на ГЭТ 208–2014. Методологические подходы составления перечня представлены в [4].

Однако список органических компонентов, подлежащих контролю, непрерывно растет, что накладывает дополнительные требования к метрологическому обеспечению соответствующих методов контроля, созданию стандартных образцов чистых органических веществ, матричных стандартных образцов, а также к передаче единицы до рабочих средств измерений и испытательных лабораторий. При этом в соответствии с [3] ГЭТ 208–2014 может быть применен для передачи единиц содержания органических компонентов вторичным эталонам. В связи с этим в ФГУП «УНИИМ» в период с 2015–2016 гг. в рамках НИР «Проведение исследований в области измерений физико-химического состава и свойств веществ по разработке комплекса метрологического обеспечения идентификации токсичных веществ в пищевых продуктах и продовольственном сырье» были проведены работы по созданию высокоточной измерительной установки в виде государственного вторичного эталона, а также рассмотрению вопросов идентификации токсичных веществ в пищевых продуктах и продовольственном сырье [5].

Таблица 1. Метрологические характеристики ГЭТ 208–2014 [3]
Table 1. Metrological characteristics of GET 208–2014

Наименование характеристики		Массовая (молярная) доля компонентов в чистых веществах и растворах органических веществ и материалов $1,0 \times 10^{-9}$ – 99,99 %	Массовая концентрация компонентов $1,0 \times 10^{-5}$ – 100 г/дм ³ имольная концентрация компонентов $0,20 \times 10^{-3}$ – 2,0 моль/дм ³ в веществах и растворах органических веществ и материалов
Относительное среднеквадратическое отклонение S_0 , %		1,1 – 0,004 при $n = 5$	1,1 – 0,4 при $n = 5$
Относительная неисключенная систематическая погрешность Θ_0 (при $P = 0,95$), %		1,7 – 0,005	1,7 – 0,5
Стандартная неопределенность, %	типа А	1,1 – 0,004 при $n = 5$	1,1 – 0,4 при $n = 5$
	типа В	1,0 – 0,003	1,0 – 0,3
Расширенная неопределенность, % при $k = 2$		3,0 – 0,010	3,0 – 1,0

Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208–1–2016

Государственный вторичный эталон, предназначенный для воспроизведения, передачи и хранения единиц содержания токсичных веществ в пищевых продуктах, создан на основе газовой и жидкостной хроматографии.

Газовая хроматография традиционно применяется для анализа широкого круга термостабильных соединений: предельных и непредельных углеводородов, нефтепродуктов, спиртов, кетонов, альдегидов, пестицидов, полиароматических углеводородов, наркотических средств и т.п. Ограничения метода связаны с невозможностью проведения анализа высокополярных и термонеустойчивых соединений. Проблема может быть решена путем использования реакций дериватизации, то есть получения некоторого производного, удовлетворяющего условиям анализа [6].

В составе ГВЭТ 208–1–2016 газовая хроматография представлена газовым хроматографом Agilent 7890A с масс-спектрометрическим детектором Triple Quad Agilent 7000 (Agilent Technologies, США).

Жидкостная хроматография применима для анализа жидких и твердых органических веществ, в том числе плохо летучих и термически нестабильных, поскольку хроматографическое разделение проводится при температурах, близких к комнатной [7]. В составе ГВЭТ 208–1–2016 жидкостная хроматография представлена модульной системой для высокоэффективной жидкостной хроматографии «Маэстро-14» в комплекте с детектором на диодной матрице и флуориметрическим детектором (ООО «Интерлаб Сервис», Россия).

Определение содержания токсичных веществ в пищевых продуктах является сложной многоступен-

чатой процедурой, первый этап которой предполагает извлечение аналитов из матрицы. При этом важно, чтобы процедура экстракции была максимально селективной по отношению к аналитам, то есть обеспечивала высокую эффективность экстракции целевых веществ при минимальном извлечении сопутствующих соединений. В аналитической практике существует множество методов экстракции и технических решений для их реализации, тем не менее референтным методом до сих пор является экстракция в аппарате Сокслета, эффективность которой признана эталонной [8]. По этой причине в состав ГВЭТ 208–1–2016 включен блок пробоподготовки, состоящий из экстрактора – аппарата Сокслета SER 148 и гидрализатора HU6 (Velp scientifica, Италия).

Полный состав ГВЭТ 208–1–2016 представлен на рис. 1.

В рамках работ по созданию ГВЭТ 208–1–2016 была разработана методика аттестации эталона «МА 241–0252–2016 «Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208–1–2016. Методика первичной и периодической аттестации». Разработанный документ включает в себя процедуру калибровки эталона, которая предусматривает применение ГЭТ 208–2014, эталона сравнения *п,п*-ДДТ, эталона сравнения бенз(α)пирена. Метрологические характеристики эталонов сравнения приведены в табл. 2.

Калибровка эталона состоит из ряда процедур, нацеленных на определение действительных значений метрологических характеристик ГВЭТ 208–1–2016:

- 1) оценка метрологических характеристик выходного сигнала масс-селективного детектора (МСД);
- 2) оценка метрологических характеристик выходного сигнала флуориметрического детектора;
- 3) оценка метрологических характеристик выходного сигнала детектора на диодной матрице;

Таблица 2. Метрологические характеристики эталонов сравнения
Table 2. Metrological characteristics of transfer standards

Наименование чистого вещества	Массовая доля основного компонента, %	Расширенная неопределенность U (при $k = 2$), % (абс.)
<i>п,п</i> -ДДТ (1,1,1-Трихлор-2,2-ди(4-хлорфенил)этан)	0,1239	0,0005
Бенз(α)пирен	99,25	0,34

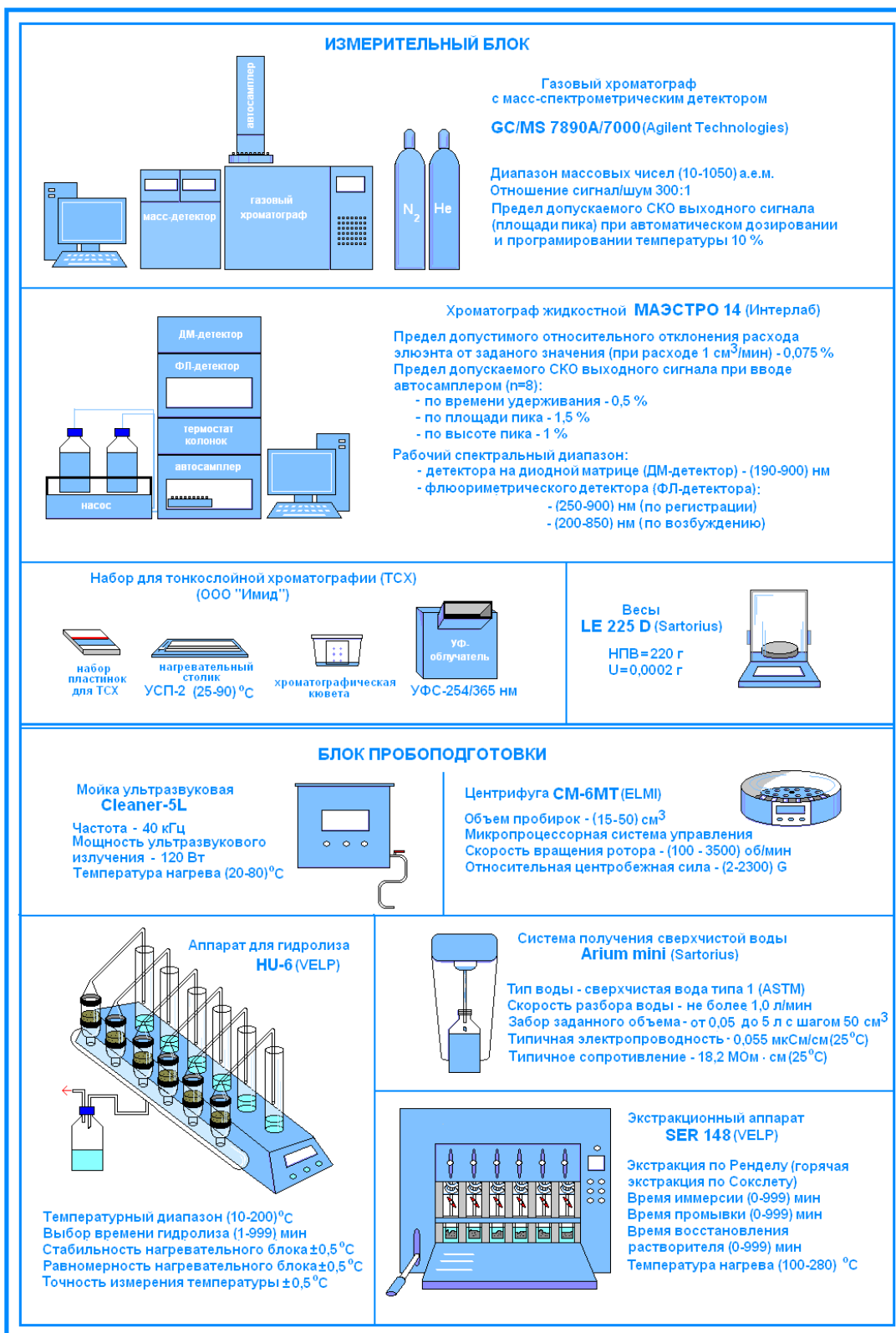


Рис. 1. Блок-схема ГВЭТ 208–1–2016
Fig. 1. Block diagram of GVET 208–1–2016

4) определение чистоты (массовой доли основного вещества) образца *п,п*-ДДТ с последующим сравнением результатов измерений, полученных на ГЭТ 208–2014 и ГВЭТ 208–1–2016 с учетом заявленных расширенных неопределенностей эталонов;

5) построение градуировочных характеристик с применением эталонов сравнения *п,п*-ДДТ и бенз(α)пирена, проведение измерений одного из градуировочных растворов с последующим сравнением результатов измерений, полученных на ГВЭТ 208–1–2016 со значением, полу-

ченным по процедуре приготовления от аттестованных значений эталонов сравнения.

Оценка метрологических характеристик выходных сигналов детекторов, входящих в состав ГВЭТ 208–1–2016

Результаты калибровки ГВЭТ 208–1–2016 при оценке стандартного отклонения и стандартной неопределенности типа А результатов измерений выходного сигнала (площади пика) при автоматическом дозировании приведены в табл. 3.

Таблица 3. Стандартное отклонение и стандартная неопределенность типа А результатов измерений выходного сигнала (площади пика) при автоматическом дозировании
Table 3. Standard deviation and standard uncertainty of type A of measurement results of the output signal (peak area) with automatic dosing

Результаты измерений	Среднее значение выходного сигнала (площади пика), усл. ед	Стандартная неопределенность типа А, отклонение результата измерений выходного сигнала, усл. ед	Относительная стандартная неопределенность типа А, %	Среднеквадратическое отклонение результата измерений выходного сигнала, усл. ед	Относительное среднеквадратическое отклонение, %
Масс-селективный детектор					
122397069,1	117987636,3	1304700,15	1,11	1304700,154	1,11
115155212,8					
115504052,1					
118440923,8					
118440923,8					
Флуориметрический детектор					
1097,739	1100,2458	2,90	0,26	2,90	0,26
1094,323					
1094,839					
1108,150					
1106,178					
Детектор на диодной матрице					
10,5342	10,55072	0,25	2,37	0,25	2,37
10,3913					
9,8975					
11,4418					
10,4888					

Таблица 4. Результаты измерений массовой доли групп примесей в чистом *p,p*-ДДТ на ГВЭТ 208–1–2016

Table 4. Measurement results for mass fraction of the impurity groups in pure *p,p*-DDT obtained with the help of GVET 208–1–2016

№ п/п	Примеси	Массовая доля, %	Расширенная неопределенность <i>U</i> (при <i>k</i> = 2), %
1.	Примеси, схожие по строению (Эталонная установка, реализующая метод газовой хромато-масс-спектрометрии)	2,54	0,07
2.	Вода*	0,29	0,02
3.	Неорганические примеси**	0,00091	0,00010
4.	Летучие примеси, отличные от воды (Эталонная установка, реализующая метод газовой хромато-масс-спектрометрии)	< 0,04	0,04

* Результат измерений получен с применением эталонной установки на основе кулонометрического титрования по Карлу фишеру из состава ГЭТ 173–2013¹.

** Результат измерений получен с применением ГВЭТ 196–1–2012².

Оценка метрологических характеристик при измерении массовой доли основного компонента

В ходе проведения работ по оценке массовой доли основного компонента *p,p*-ДДТ в эталоне сравнения *p,p*-ДДТ использован подход «Сто минус сумма примесей», применяемый в настоящее время Международным бюро мер и весов (BIPM) и Консультативным комитетом по количеству вещества (CCQM)³ [9], кроме того успешно реализуемый на ГЭТ 208–2014 при проведении международных ключевых сличений [10].

При реализации данного подхода необходимо было оценить содержание примесей, схожих по строению, неорганических примесей, воды, а также летучих примесей, отличных от воды. Модель измерений в данном случае имеет следующий вид:

$$\omega = 100 - (W_{\text{примеси}} + W_{\text{H}_2\text{O}} + W_{\text{Me}} + W_{\text{летучие, отличные от воды}}), \quad (1)$$

где $W_{\text{примеси}}$ – массовая доля примесей, схожих по строению, %;

$W_{\text{H}_2\text{O}}$ – массовая доля воды, %;

$W_{\text{летучие, отличные от воды}}$ – массовая доля летучих примесей, отличных от воды, %;

W_{Me} – массовая доля неорганических примесей, %.

¹ ГЭТ 173–2013 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/08_standard/2list.aspx?z=&n=173&r=.

² 196-1-2012 Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах // ФГУП «УНИИМ» [сайт]. URL: <http://www.uniim.ru/gauge.html>.

³ BIPM. URL: <http://www.bipm.org/en/about-us>.

Измерения содержания примесей, схожих по строению, а также летучих примесей, отличных от воды, проводили в соответствии с методикой воспроизведения, представленной в руководстве по эксплуатации на ГВЭТ 208–1–2016. Методика воспроизведений основана на методе газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием.

Измерение содержания воды проводили на эталонной установке на основе кулонометрического титрования по методу Карла Фишера, входящей в состав государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173–2013 [11].

Измерение содержания неорганических примесей проводили на государственном вторичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах ГВЭТ 196–1–2012 [12,13].

Суммарную стандартную неопределенность результатов измерений при воспроизведении единицы массовой доли органических компонентов, u_C , оценивали по формуле:

$$u_C = \sqrt{u_{\text{примеси}}^2 + u_{\text{H}_2\text{O}}^2 + u_{\text{Me}}^2 + u_{\text{летучие, отличные от воды}}^2}. \quad (2)$$

Расширенную стандартную неопределенность вычисляли по формуле:

$$U = k \cdot u_C, \quad (3)$$

где k – коэффициент охвата, равный 2 при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результаты измерений выявленных групп примесей представлены в табл. 4 с указанием расширенных неопределенностей.

Таблица 5. Сличение результатов измерений массовой доли основного компонента в образце чистого *n,n*-ДДТ (кандидат в СО) на ГЭТ 208–2014 и ГВЭТ 208–1–2016

Table 5. Comparison of measurement results for mass fraction of the main component in the sample of pure *p,p*-DDT (a candidate CRM), obtained with the help of GET 208–2014 and GVET 208–1–2016

Наименование характеристики	Результат измерений, полученный на ГЭТ 208–2014 $w_{\text{ГЭТ}}$	Результат измерений, полученный на ГВЭТ 208–1–2016 $w_{\text{ГВЭТ}}$	$ w_{\text{ГВЭТ}} - w_{\text{ГЭТ}} = \sqrt{U_{\text{ГВЭТ}}^2 + U_{\text{ГЭТ}}^2}$
Массовая доля <i>n,n</i> -ДДТ (основное вещество), %	96,74	97,76	1,02 < 1,08
Расширенная неопределенность, %	0,42	0,99	

Результаты калибровки ГВЭТ 208–1–2016 при измерении массовой доли основного компонента в образце чистого *n,n*-ДДТ приведены в табл. 5.

Оценка метрологических характеристик при измерении массовой доли компонента в растворе

Построение градуировочных характеристик на ГВЭТ 208–1–2016 проводили с применением эталонов сравнения *n,n*-ДДТ и бенз(α)пирена. Растворы готовили методом последовательного разбавления и далее их закалывали и анализировали, начиная с раствора с наименьшей концентрацией.

С целью оценки метрологических характеристик при измерении массовой доли компонентов проводили набор статистических данных с применением растворов:

– раствор *n,n*-ДДТ в гексане, представляющий собой раствор эталона сравнения *n,n*-ДДТ, разбавленный в ~30 раз;

– раствор бенз(α)пирена в ацетонитриле, представляющий собой раствор эталона сравнения с массовой концентрацией ~0,01 ppm.

Значения массовых долей *n,n*-ДДТ и бенз(α)пирена оценивали по градуировочным кривым. В данном случае модель измерений имеет следующий вид:

$$\omega = \frac{S - a}{b}, \quad (4)$$

где ω – массовая доля определяемого органического компонента (*n,n*-ДДТ или бенз(α)пирен), %;

S – площадь пика, соответствующая определяемому компоненту;

a – свободный член градуировочной зависимости;

b – угловой коэффициент градуировочной зависимости.

Стандартную неопределенность типа А результатов измерений при воспроизведении единицы массовой доли органических компонентов на эталоне, u_A , вычисляли по формуле:

$$u_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\omega_i - \bar{\omega})^2}{n(n-1)}}. \quad (5)$$

Стандартную неопределенность типа В вычисляли по формуле:

$$u_B = \sqrt{\sum c_i^2 u_i^2},$$

где c_i – коэффициенты чувствительности, которые вычисляли по следующим выражениям:

$$\frac{\partial \omega}{\partial S} = \frac{1}{b}, \quad (6)$$

$$\frac{\partial \omega}{\partial a} = -\frac{1}{b}, \quad (7)$$

$$\frac{\partial \omega}{\partial b} = -\frac{1}{\omega}. \quad (8)$$

Суммарную стандартную неопределенность вычисляли по формуле:

$$u_C = \sqrt{u_B^2 + u_A^2}. \quad (9)$$

Расширенную стандартную неопределенность вычисляли по формуле:

$$U = k \cdot u_C, \quad (10)$$

где k – коэффициент охвата, равный 2 при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результаты калибровки ГВЭТ 208–1–2016 при измерении массовой доли *n,n*-ДДТ в растворе гексана на эталонной установке, реализующей метод ВЭЖХ с детектором на диодной матрице, приведены в табл. 6.

Результаты калибровки ГВЭТ 208–1–2016 при измерении массовой доли бенз(α)пирена в растворе ацетонитрила на установке, реализующей метод ВЭЖХ с флуориметрическим детектором, приведены в табл. 7.

Таким образом, обобщенные метрологические характеристики ГВЭТ 208–1–2016, представленные в табл. 8,

Таблица 6. Сличение результатов измерений массовой доли *n,n*-ДДТ в растворах
Table 6. Comparison of measurement results for mass fraction of *p,p*-DDT in solutions

Наименование характеристики	Результат измерений, полученный для раствора		$ w_{\text{ГВЭТ}} - w_{\text{ГЭТ}} = \sqrt{U_{\text{ГВЭТ}}^2 + U_{\text{ГЭТ}}^2}$
	приготовленного из эталона сравнения, $w_{\text{ГЭТ}}$	аттестованного на ГВЭТ 208-1, $w_{\text{ГВЭТ}}$	
Массовая доля <i>n,n</i> -ДДТ в растворе, мкг/г	1,882	1,856	0,026 < 0,031
Расширенная неопределенность, мкг/г	0,019	0,024	

* Приведено значение, рассчитанное для раствора *n,n*-ДДТ, полученного разбавлением эталона сравнения. Хд 2.840.026-02/1-2016. Расширенная неопределенность разбавленного раствора эталона сравнения рассчитана с учетом значения расширенной неопределенности эталона сравнения и процедуры приготовления разбавленного раствора на ГВЭТ 208-1-2016.

Таблица 7. Сличение результата измерений массовой доли бенз(α)пирена в растворе, полученного на ГВЭТ 208-1-2016, с опорным значением, находящимся в диапазоне массовой доли от 0,005 до 0,015 мкг/г

Table 7. Comparison of the measurement result for mass fraction of benz(α)pyrene in solution obtained with the help of GVET 208-1-2016, with the reference value in the mass fraction range from 0,005 to 0,015 µg/g

Наименование характеристики	Опорное значение*, $w_{\text{ГЭТ}}$	Результат измерений, полученный на ГВЭТ 208-1, $w_{\text{ГВЭТ}}$	$ w_{\text{ГВЭТ}} - w_{\text{ГЭТ}} = \sqrt{U_{\text{ГВЭТ}}^2 + U_{\text{ГЭТ}}^2}$
Массовая доля бенз(α)пирена в растворе, мкг/г	0,01320	0,01330	0,00010 < 0,00011
Расширенная неопределенность, мкг/г	0,00006	0,00010	

* Опорное значение массовой доли бенз(α)пирена в растворе получено расчетным путем с учетом процедуры гравиметрического приготовления раствора. Расширенная неопределенность раствора, приготовленного из эталона сравнения – бенз(α)пирена (Хд 2.840.029-05a/C₂₀H₁₂-2016), рассчитывается с учетом значения расширенной неопределенности эталона сравнения и процедуры приготовления на ГВЭТ 208-2016.

Таблица 8. Метрологические характеристики ГВЭТ 208-1-2016
Table 8. Metrological characteristics of GVET 208-1-2016

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений при воспроизведении единицы массовой доли органических компонентов, %	1,0 · 10 ⁻⁶ –99,99
Относительное среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности результатов измерений при воспроизведении единицы массовой доли органических компонентов ($n = 5$), S , %	1,6–0,008
Относительное среднеквадратическое отклонение неисключенной систематической погрешности результатов измерений при воспроизведении единицы массовой доли органических компонентов, $S_{\text{с}}$, %	2,1–0,001
Относительная стандартная неопределенность типа <i>A</i> результатов измерений при воспроизведении единицы массовой доли органических компонентов ($n = 5$), u_A , %	1,6–0,008
Относительная стандартная неопределенность типа <i>B</i> результатов измерений при воспроизведении единицы массовой доли органических компонентов, u_B , %	2,1–0,001
Диапазон массовых чисел, а.е.м.	10–1050
Предел допускаемого СКО выходного сигнала (площади пика) при автоматическом дозировании и программировании температуры для масс-селективного детектора, %	10
Рабочий спектральный диапазон для детектора на диодной матрице, нм	190–900
Рабочий спектральный диапазон для флуориметрического детектора, нм: – по возбуждению, – по регистрации	200–850 250–900

получены при измерении содержания различных компонентов в твердых и жидких веществах и материалах: образец *n,n*-ДДТ, раствор *n,n*-ДДТ в гексане, раствор бенз(α)пирена в ацетонитриле. Единицы массовой доли компонентов от ГЭТ 208–2014 передаются с помощью эталонов сравнения либо при сличении результатов измерений, полученных на ГЭТ 208–2014 и ГВЭТ 208–1–2016.

Разработка СО состава *n,n*-ДДТ и СО состава раствора бенз(α)пирена

В ходе работы над ГЭТ 208–1–2016 была поставлена задача разработать стандартный образец (далее – СО) состава *n,n*-ДДТ и стандартный образец состава раствора бенз(α)пирена с возможностью передачи единицы от ГЭТ 208–2014.

Актуальность разработки СО

В настоящее время использование хлорорганического пестицида *n,n*-ДДТ (1,1,1-трихлор-2,2-бис(4-хлорфенил) этана) во многих странах запрещено, а в России установлены предельно допустимые его концентрации в продуктах питания, в пищевом сырье, в объектах окружающей среды [14]. Жесткие меры контроля обусловлены тем, что *n,n*-ДДТ не разлагается со временем на безвредные вещества, слабо разрушается и обладает способностью накапливаться в воде, почве, а также в организме человека, животных и в растениях, оказывая на них токсическое воздействие, отнесен к группе стойких органических загрязнителей (далее – СОЗ) [15]. Однако, несмотря на введенные меры контроля, *n,n*-ДДТ продолжает обнаруживаться повсеместно. Данное явление прежде всего обусловлено активным использованием указанного пестицида во второй половине XX века [16]. Важно отметить необходимость контроля содержания пестицидов в пищевой продукции в соответствии с [17].

Бенз(α)пирен – типичный ксенобиотик, углеводород полициклического ароматического ряда (ПАУ). Отнесен к группе СОЗ и веществам первого класса опасности [18].

Бенз(α)пирен обладает сильной канцерогенной и мутагенной активностью, вызывая при поступлении в организм необратимые мутации генов и онкологические заболевания [18].

К группе ПАУ относятся сотни химических веществ. Анализ государственного реестра стандартных образцов утвержденных типов Российской Федерации показал, что почти все типы стандартных образцов ПАУ и других токсичных веществ имеют истекшее свидетельство об утверждении типа и не выпускаются с 2000–2002 годов.

При этом все действующие СО в настоящее время не удовлетворяют современным требованиям к прослеживаемости аттестованных значений СО [19–21].

Утверждение в 2014 году ГЭТ 208–2014 впервые позволяет обеспечить подобным СО необходимую прослеживаемость [3].

В связи с этим актуальной является задача разработки СО состава *n,n*-ДДТ и состава раствора бенз(α)пирена, удовлетворяющих требованиям прослеживаемости и обеспечивающих потребность в СО в соответствии с утвержденной государственной поверочной схемой [3].

Описание СО

В качестве исходного материала СО пестицида применялся реактив *n,n*-ДДТ (*n,n*-дихлордифенилтрихлорэтан) с массовой долей основного вещества не менее 95 % в виде белого мелкодисперсного порошка, помещенный в виалу с кримперной крышкой объемом 5 см³. Виала дополнительно запаивалась в полиэтиленовый пакет.

В качестве исходных компонентов при приготовлении СО состава бенз(α)пирена использовали реактив компании Sigma-Aldrich (США) с массовой долей бенз(α)пирена не менее 96 % и реактив ацетонитрила производства ООО «НПК Криохром» (Россия), сорт 0. Образец представляет собой раствор бенз(α)пирена в ацетонитриле с массовой концентрацией от 95 до 105 мкг/см³, расфасованный по 3 см³ в стеклянные виалы с зажимной крышкой. Виала дополнительно запаивалась во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

Определение характеристики неопределенности от неоднородности материалов стандартных образцов

Оценивание неоднородности материалов СО по показателю «массовая доля *n,n*-ДДТ» и по показателю «массовая концентрация бенз(α)пирена» проводили одновременно с определением аттестованных значений. Все измерения выполнены на ГВЭТ 208–1–2016. Эксперимент составлен и обработан в соответствии со схемой однофакторного дисперсионного анализа ANOVA с учетом положений [22, 23]. Результаты оценивания неоднородности материала СО представлены в табл. 9–10.

Относительная стандартная неопределенность от неоднородности $u_{h,0}$ для СО состава *n,n*-ДДТ составила 0,035 %, для СО состава раствора бенз(α)пирена – 0,56 %.

**Определение аттестованного значения
и оценивание стандартной неопределенности
от способа характеристики**

Измерения при установлении аттестованных значений массовой доли *p,p*-ДДТ и массовой концентрации бенз(α)пирена проводили в соответствии с методиками воспроизведений, являющихся приложением к руковод-

ству по эксплуатации на ГВЭТ 208–1–2016. Показатели точности, характерные для данных методик воспроизведений, представлены в табл. 11.

Для оценки аттестованных значений массовой доли *p,p*-ДДТ и массовой концентрации бенз(α)пирена использовали результаты измерений, полученные при исследовании однородности СО.

Таблица 9. Результаты измерений массовой доли *p,p*-ДДТ

Table 9. Measurement results for mass fraction of *p,p*-DDT

Номер экзemplяра СО <i>n</i>	Массовая доля <i>p,p</i> -ДДТ, %					Средний результат <i>W_n</i>
	Номер измерения <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	
1	97,69	97,69	97,77	97,70	97,78	97,72
2	97,78	97,71	97,73	97,71	97,79	97,74
3	97,72	97,76	97,77	97,80	97,73	97,75
4	97,88	97,77	97,84	97,81	97,85	97,83
5	97,70	97,73	97,80	97,84	97,72	97,75

Таблица 10. Результаты измерений массовой концентрации бенз(α)пирена

Table 10. Measurement results for mass concentration of benz(α)pyrene

Номер экземпляра СО <i>n</i>	Массовая концентрация бенз(α)пирена, мкг/см³					Средний результат <i>W_n</i>
	Номер измерения <i>j</i>					
	1	2	3	4	5	
1	98,57	99,32	99,40	99,60	98,67	99,11
2	98,37	98,97	98,51	97,95	97,94	98,35
3	98,80	99,14	98,82	99,01	100,13	99,18
4	99,83	99,87	99,89	99,38	100,81	99,96
5	100,00	98,76	98,91	99,14	99,35	99,23
6	99,28	99,28	99,01	99,70	99,42	99,34

Таблица 11. Диапазон измерений, значения показателей точности методик воспроизведения массовой доли *p,p*-ДДТ и массовой концентрации бенз(α)пирена

Table 11. The measurement range, the values of the accuracy indices for the reproduction procedures of the mass fraction of *p,p*-DDT, and the mass concentration of benz(α)pyrene

Диапазон измерений, измеряемая величина	Суммарная стандартная неопределенность u_c	Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$
Массовая концентрация бенз(α)пирена (80,0–150) мкг/см ³	0,5 мкг/см ³	1,0 мкг/см ³
Массовая доля <i>p,p</i> -ДДТ (95,0–100,0) %	0,5 %	1,0 %

Исследование стабильности материала стандартного образца

Для определения срока годности СО и стандартной неопределенности от долговременной нестабильности использовали метод ускоренного старения. Для расчета времени старения (τ , сут) используется уравнение Вант-Гоффа [22]:

$$\tau = \frac{T}{\frac{t-t_0}{2^{10}}}, \quad (11)$$

где T – назначаемый срок годности СО, сутки;

t_0 – температура хранения СО, °С;

t – температура испытания материала СО, °С.

Результаты измерений массовой доли n,n -ДДТ и массовой концентрации бенз(α)пирена при оценивании неопределенности от долговременной нестабильности обработаны методом линейной аппроксимации [22]

и представлены в табл. 12. Результаты исследования долговременной нестабильности в графическом виде представлены на рис. 2.

Для подтверждения стабильности материалов СО в условиях транспортировки были проведены исследования кратковременной стабильности в течение времени, необходимого для доставки СО по России, используя услуги экспресс-почты. С этой целью экземпляры СО выдерживали в течение 14 дней в климатической камере или термостате при условиях, указанных в табл. 13.

Метрологические характеристики стандартного образца

Рис. 3 иллюстрирует вклады основных источников неопределенности, выраженные в абсолютной форме, в неопределенность аттестованных значений СО.

В табл. 14 представлены нормированные метрологические характеристики разработанных СО.

Таблица 12. Результаты измерений при оценивании неопределенности (погрешности) от долговременной нестабильности СО состава n,n -ДДТ и СО состава раствора бенз(α)пирена в ацетонитриле ($C_{20}H_{12}$ СО УНИИМ)

Table 12. Measurement results for uncertainty (error) estimation due to long-term instability of CRM for composition of p,p -DDT and CRM for composition of benz(α)pyrene solution in acetonitrile ($C_{20}H_{12}$, CRM of UNIIM)

Номер СО <i>i</i> (<i>n</i> = 6 проб)	Номер месяца исследования долговременной нестабильности	Аттестуемая характеристика	Единица измерений	Козффициент <i>b</i> ₀	Козффициент <i>b</i> ₁	<i>s</i> (<i>b</i> ₁)	Доверительный интервал <i>t</i> _{0,05,(<i>n</i>-2)} · <i>s</i> (<i>b</i> ₁)
СО состава <i>n,n</i> -ДДТ							
1	0	97,76	%	98,11	0,012	0,027	0,069
2	3	98,38					
3	5	98,59					
4	8	98,37					
5	11	98,27					
	12	98,30					
СО состава бенз(α)пирена							
1	0	99,19	мкг/см ³	99,30	0,012	0,025	0,065
2	2	99,19					
3	4	99,70					
4	6	99,50					
5	8	99,50					
6	10	99,22					
Относительная стандартная неопределенность от долговременной нестабильности для СО состава <i>n,n</i> -ДДТ, %						0,33	
Относительная стандартная неопределенность от долговременной нестабильности для СО состава раствора бенз(α)пирена, %						0,31	

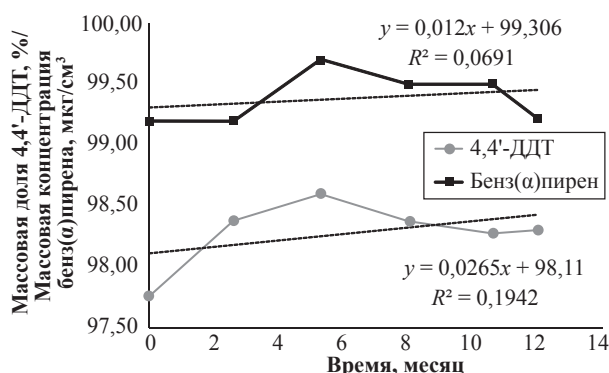


Рис. 2. Результаты исследования долговременной нестабильности для СО состава *p,p*-ДДТ и СО состава раствора бенз(α)пирена

Fig. 2. Study results for long-term instability of CRM for composition of *p,p*-DDT and CRM for composition of benz(α)pyrene solution

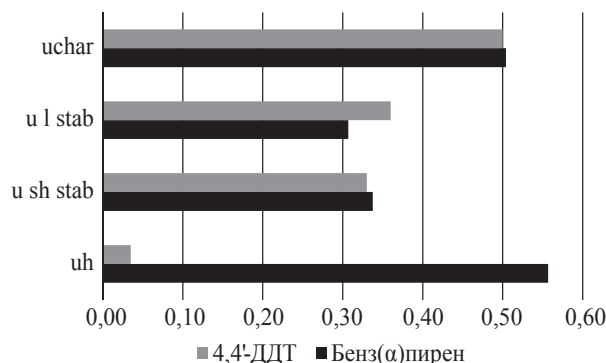


Рис. 3. Основные вклады в неопределенность аттестованных значений СО, где u_{char} – стандартная неопределенность, обусловленная способом определения аттестованного значения; $u_{l\,stab}$ – стандартная неопределенность от долговременной нестабильности; $u_{sh\,stab}$ – стандартная неопределенность от кратковременной нестабильности; u_h – стандартная неопределенность от неоднородности

Fig. 3. The main uncertainty contributions of the certified values, where u_{char} – standard uncertainty due to characterization; $u_{l\,stab}$ – standard uncertainty due to long-term instability; $u_{sh\,stab}$ – standard uncertainty due to short-term instability; u_h – standard uncertainty due to inhomogeneity

Таблица 13. Результаты измерений при оценивании неопределенности от кратковременной нестабильности СО состава *p,p*-ДДТ и СО состава раствора бенз(α)пирена в ацетонитриле ($C_{20}H_{12}$ СО УНИИМ)

Table 13. Measurement results for uncertainty estimation due to short-term instability of CRM for composition of *p,p*-DDT and CRM for composition of benz(α)pyrene solution in acetonitrile ($C_{20}H_{12}$, CRM of UNIIM)

Относительная влажность ϕ и температура T в климатической камере (термостате)	$T = (-18 \pm 2) ^\circ\text{C}$, $\phi = (20 \pm 5) \%$	$T = (5 \pm 2) ^\circ\text{C}$, $\phi = (20 \pm 5) \%$	$T = (20 \pm 2) ^\circ\text{C}$, $\phi = (80 \pm 5) \%$	$T = (60 \pm 2) ^\circ\text{C}$, $\phi = (60 \pm 5) \%$
Массовая доля <i>p,p</i> -ДДТ, %	98,36	98,37	98,25	98,25
Массовая концентрации бенз(α)пирена, мкг/см ³	99,55	99,34	98,64	98,61
Относительная стандартная неопределенность от кратковременной нестабильности для СО состава <i>p,p</i> -ДДТ, %				0,36
Относительная стандартная неопределенность от кратковременной нестабильности для СО состава бенз(α)пирена, %				0,34

Таблица 14. Нормированные метрологические характеристики

Table 14. Standardized metrological characteristics

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при $P = 0,95$, %	Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при $k = 2$, %
Массовая доля <i>p,p</i> -ДДТ, %	95–100	$\pm 1,0$	1,0
Массовая концентрация бенз(α)пирена, мкг/см ³	95–105	$\pm 2,0$	2,0

Срок годности экземпляра СО: 12 месяцев.

Результаты

В ходе разработки стандартного образца состава *n,n*-ДДТ и СО состава раствора бенз(α)пирена реализованы оба способа передачи единицы от ГЭТ 208–2014 (рис. 2):

– аттестованное значение СО состава *n,n*-ДДТ прослеживается до ГЭТ 208–2014 посредством сличений результатов измерений, полученных на ГЭТ 208–2014 и ГВЭТ 208–1–2016;

– аттестованное значение СО состава раствора бенз(α)пирена прослеживается до ГЭТ 208–2014 посредством применения эталона сравнения бенз(α)пирена.

Разработанные стандартные образцы состава *n,n*-ДДТ и состава раствора бенз(α)пирена внесены в Государственный реестр стандартных образцов утвержденных типов под номерами ГСО 10732–2015 и ГСО 10833–2016 соответственно.

Заключение

1. Разработан и утвержден государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой

(молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе газовой и жидкостной хроматографии ГВЭТ 208–1–2016, по своим метрологическим характеристикам эталон удовлетворяет полю вторичных эталонов в соответствии с ГОСТ Р 8.735.2–2013 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии».

2. Показана передача единицы от государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208–2014 двумя способами: посредством сличений результатов измерений, полученных на ГЭТ 208–2014 и ГВЭТ 208–1–2016, и посредством применения эталонов сравнения.

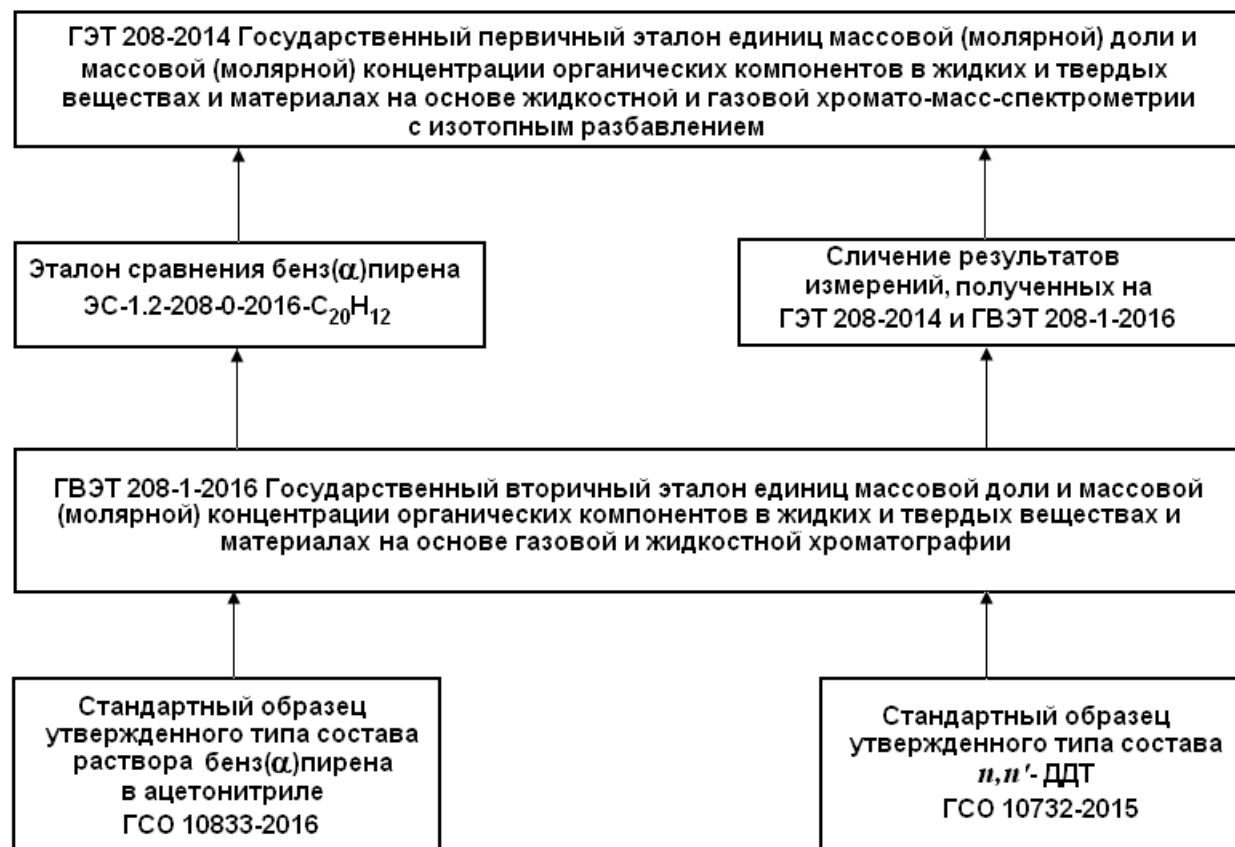


Рис. 4. Прослеживаемость аттестованных значений СО до ГЭТ 208–2014

Fig. 4. Traceability chain of CRM certified values to GET 208–2014

3. Разработаны и утверждены в установленном порядке стандартные образцы состава *n,n*-ДДТ и состава раствора бенз(α)пирена с областью применения во всех сферах области обеспечения единства измерений.

Вклад соавторов

Шохина О.С.: сбор литературных данных, курирование данных, получение экспериментальных данных.

Медведевских М.Ю.: концепция и инициация исследования, определение замысла и методологии статьи, анализ данных.

Крашенинина М.П.: подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом, написание текста.

Макарова С.Г.: получение экспериментальных данных.

Крылов А.И.: сбор литературных данных и доказательств и их формализованный анализ.

Ткаченко И.Ю.: сбор литературных данных на иностранных языках и их анализ.

Михеева А.Ю.: критический анализ и доработка текста.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сиггия С., Ханна Дж.Г. Количественный органический анализ по функциональным группам. Пер. с англ. М.: Химия, 1983. 672 с.
2. Золотов Ю.А., Терентьева Е.А. Аналитическая химия органических веществ. Развитие методов органического анализа // URL: [www. fs.nashaucheba.ru/docs/2151/index-3668876.html](http://www.fs.nashaucheba.ru/docs/2151/index-3668876.html).
3. ГОСТ Р 8.735.2–2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии. М.: Стандартинформ, 2014. 14 с.
4. Крылов А.И. Определение приоритетных органических токсикантов при санитарно-химической и экологической экспертизах: методологические подходы и методическое обеспечение // Российский химический журнал. 2004. Т. 48. № 2. С. 34–43.
5. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С. Обзор метрологического обеспечения идентификации токсичных веществ в пищевых продуктах и продовольственном сырье // Законодательная и прикладная метрология. 2016. № 6. С. 10–14.
6. Определение афобазола и его основных метаболитов методом капиллярной газовой хроматографии-масс-спектрометрии / П.О. Бочков [и др.] // Фармацевтическая химия. 2013. Т. 54. № 3. С. 174–182.
7. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды. М.: Техносфера, 2013. 632 с.
8. Лаврухин Д.К. Дисперсионная твердофазная и жидкостно-жидкостная микроэкстракция при одновременном определении пестицидов различных классов в пищевых продуктах и кормах хроматографическими методами: дис. ... канд. хим. наук. Саратов: 02.00.02 / Сарат. гос. ун-т им. Н.Г. Чернышевского, 2014. 179 с.

REFERENCES

1. Siggia S., Hanna J.G. *Quantitative organic analysis via functional groups*. Moscow, Chemistry Publ, 1983, 672 p. (In Russ.)
2. Zolotov Yu.A., Terenteva E.A. Analytical chemistry of organic substances, development of methods for organic analysis. Available at: <http://fs.nashaucheba.ru/docs/2151/index-3668876.html>. (In Russ.)
3. GOST R8.735.2–2013 State system for ensuring the uniformity of measurements. State hierarchy scheme for measuring instruments of the content of organic components in liquid and solid mediums and materials. Transfer of the units from the state primary standard based on liquid and gas chromatomass-spectrometry with isotope dilution and gravimetry. Moscow, Standartinform, 2014, 14 p. (In Russ.)
4. Krylov A.I. Determination of top organic toxic agents when conducting sanitary chemical and ecological expert evaluations: methodological approaches and support. *Rossiiskii Khimicheskii Zhurnal = Russian Chemistry Journal*, 2004, vol. 48, no. 2, pp. 34–43. (In Russ.)
5. Medvedevskikh M.Iu., Sergeeva A.S. Overview of metrological assurance of the identification of toxic substances in foodstuffs and food raw materials. *Legal and applied metrology*, 2016, no. 6, pp. 10–14. (In Russ.)
6. Bochkov P.O., Revelskiy A.I., Guljaev I.V., Blynskaya E.V. Definition of afobazole and its basic metabolites by the method of capillary gas chromatography–mass spectrometry. *Moscow University Chemistry Bulletin* 2013, vol. 68, no. 3, pp. 159–166. (In Russ.)
7. Lebedev A.T. *Mass spectrometry for the analysis of the environment*. Moscow, Tekhnosferpubl, 2013, 632 p. (In Russ.)
8. Lavrukhin D.K. *Dispersive solid phase and liquid-liquid micro-extraction while defining pesticides of various classes in foodstuffs and feeding-stuffs using chromatographic procedures*. Cand. Sci. (Chem.). diss. Saratov, 2014, 179 p. (In Russ.)

9. Duewer D.L. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials / D.L. Duewer, R.M. Parris, V.E. White, W.E. May // NIST SP 1012. 2004. 55 с. URL: www.gpo.gov/fdsys/pkg/GOVPUB-C13-4deb8161f847bd340393baf9afc71507/pdf/GOVPUB-C13-4deb8161f847bd340393baf9afc71507.pdf.
10. Metrologia, 2014, 51, Tech. Suppl., 08010CCQM-K55.c Final Report, 2014, 64 p.
11. Медведевских М.Ю., Запорожец А.С. Стандартные образцы в Государственной поверочной схеме для средств измерений массовой доли влаги в твердых веществах и материалах // Стандартные образцы. 2010. № 3. С. 22–27.
12. 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.
13. Разработка и испытания стандартного образца массовой доли никеля (II) в растворе / П.В. Мигаль [и др.] // Стандартные образцы. 2013. № 3. С. 39–44.
14. Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю): утв. Решением Комиссии Таможенного союза от 28 мая 2010 года № 299 (с изменениями на 15 января 2013 года) // Евразийская экономическая комиссия [сайт]. URL: www.tsouz.ru/KTS/KTS17/Pages/P2_299.aspx
15. Мельников Н.Н., Набоков В.А., Покровский Е.А. ДДТ. Свойства и применение. М.: Госхимиздат, 1954. 204 с.
16. Синицина Т.П. Основы токсикологии: учебное пособие. Красноярск: СибГТУ, 2011. 175 с.
17. ТР ТС 021/2011 О безопасности пищевой продукции: Технический регламент Таможенного союза от 9 декабря 2011 г. № 880: Евразийский экономический союз [сайт]. URL: <http://www.tsouz.ru/db/techreglam/Documents/TR%20TS%20PishevayaProd.pdf>.
18. ГОСТ Р 51650–2000 Продукты пищевые. Методы определения массовой доли бенз(α)пирена. М.: Стандартинформ, 2007. 19 с.
19. МУК 4.1.1273–03 Методы контроля. Химические факторы измерения массовой концентрации бенз(α)пирена в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуориметрическим детектированием. Методические указания: утв. и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г.Г. Онищенко 1 апреля 2003 г. М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2003.
9. Duewer D.L., Parris R.M., White V.E., May W.E. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials. NIST SP 1012, 2004, 55 p. Available at: <https://www.gpo.gov/fdsys/pkg/GOVPUB-C13-4deb8161f847bd340393baf9afc71507/pdf/GOVPUB-C13-4deb8161f847bd340393baf9afc71507.pdf>.
10. Metrologia, 2014, 51, Tech. Suppl., 08010CCQM-K55.c Final Report, 2014, 64 p.
11. Medvedevskikh M.Y., Zaporozhets A.S. Certified reference materials in the State Hierarchical Chain for means of measuring humidity mass fraction in solid substances and materials. *Standartnye obrazcy = Reference materials*, 2010, no. 3, pp. 22–27. (In Russ.)
12. Gorbunova E.M., Goriaeva L.I., Medvedevskikh S.V., Migal P.V., Paneva V.I., Sobina E.P., Stepanov A.S., Tabatchikova T.N., Shishova I.V. The state secondary measurement standard of mass fraction units and mass (molar) concentration of metals in liquid and solid substances and materials. *Izmeritel'naia tekhnika = Measurement Techniques*, 2013, no. 7, pp. 11–13. (In Russ.)
13. 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. *Standartnye obrazcy = Reference materials*, 2013, no. 3, pp. 39–44. (In Russ.)
14. Uniform sanitary-epidemiological and hygienic requirements for products subject to sanitary-epidemiological supervision (control): approved by decision of the Commission of the Customs Union № 299 of 28 May, 2010 (as modified on 15 January 2013). Available at: http://www.tsouz.ru/KTS/KTS17/Pages/P2_299.aspx (In Russ.)
15. Melnikov N.N., Nabokov V.A., Pokrovskiy E.A. DDT. *Properties and use*. Moscow, Goskhimizdat Publ, 1954, 204 p. (In Russ.)
16. Sinitsina T.P. *Basics of toxicology*. Textbook. Krasnoyarsk, SibGTU publ, 2011, 175 p. (In Russ.)
17. Customs Union Technical Regulation “On Food Safety” TR CU 021/2011 (In Russ.)
18. GOST R 51650-2000 Food stuffs. Methods for determination of benz(a)pyren fraction of total mass. Moscow, Standartinform Publ., 2007, 19 p. (In Russ.)
19. MUK 4.1.1273–03 Control methods. Chemical factors. Measuring mass concentration of benz(α)pyren in atmospheric air and in the air of the workplace by the method of high performance liquid chromatography with fluorometric detection. Guidance. Moscow, 2003. (In Russ.)

20. ПНД Ф 14.1:2:4.70–99 Методика выполнения измерений массовой концентрации полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в питьевых, природных и сточных водах хроматографическим методом ВЭЖХ: утв. ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия». М., 2012. 27 с.

21. ПНД Ф 16.1:2:2.2:3.39–03 Количественный химический анализ почв. Методика выполнения измерений массовой доли бенз(α)пирена в пробах почв, грунтов, донных отложения и твердых отходов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием анализатора жидкости «Флюорат-02» в качестве флуориметрического детектора // Министерство природных ресурсов РФ. М., 2007.

22. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.

23. РМГ 93–2009 ГСИ. Оценка метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2011. 30 с.

20. PND F 14.1:2:4.70–99 Procedure for measuring mass concentration of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in drinking, natural and waste water by the method of high-performance liquid chromatography: approved by “Federal Centre for Analysis and Evaluation of Man-made Impact”, Moscow. 2012. (In Russ.)

21. PND F 16.1:2:2.2:3.39–03 Quantitative chemical analysis of soil. Procedure for measuring mass fraction of benzo(α)pyrene in samples of soil, grounds, bottom sediments and solid wastes by the method of high-performance liquid chromatography with the use of “Fluorat-02” as fluorometric detector. Moscow. 2007. (In Russ.)

22. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow, Standartinform Publ., 2016, 61 p. (In Russ.)

23. RMG 93–2009 State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. Moscow, Standartinform, 2011, 30 p. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Шохина Ольга Сергеевна – инженер 1-й категории лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ». 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4 e-mail: shokhinaos@uniim.ru

Медведевских Мария Юрьевна – канд. техн. наук, зав. лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ». 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4 e-mail: lab241@uniim.ru
Researcher ID: G-6171-2017

Крашенинина Мария Павловна – канд. техн. наук, заместитель заведующего лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ». 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4 e-mail: krasheninina_m@uniim.ru

Макарова Светлана Германовна – инженер 1-й категории лаборатории влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ». 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4 e-mail: makarovasg@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Olga S. Shokhina – First Category Engineer, the Laboratory for Moisture Measurement and Certified Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation e-mail: shokhinaos@uniim.ru

Maria Yu. Medvedevskikh – Cand. Sci. (Eng.), Head of Laboratory for Moisture Measurement and Certified Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation e-mail: lab241@uniim.ru
Researcher ID: G-6171-2017

Maria P. Krasheninina – Cand. Sci. (Eng.), Deputy Head of the Laboratory for Moisture Measurement and Certified Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation e-mail: krasheninina_m@uniim.ru

Svetlana G. Makarova – First Category Engineer, the Laboratory for Moisture Measurement and Certified Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation e-mail: makarovasg@uniim.ru

Крылов Анатолий Иванович – д-р хим. наук, руководитель научно-исследовательского отдела Госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

190005, Санкт-Петербург, Московский пр-т, 19

e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Ткаченко Ирина Юрьевна – ведущий инженер научно-исследовательского отдела Госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

190005, Санкт-Петербург, Московский пр-т, 19

e-mail: ti@b10.vniim.ru

Михеева Алена Юрьевна – канд. хим. наук, ведущий научный сотрудник научно-исследовательского отдела Госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

190005, Санкт-Петербург, Московский пр-т, 19

e-mail: may@b10.vniim.ru

Anatoliy I. Krylov – Dr. Sci. (Chem.), Head of Scientific and Research Department of State Standards in Organic and Inorganic Analysis Sphere, D.I. Mendeleyev Institute for Metrology, (VNIIM).

19 Moskovskiy Ave., Saint-Petersburg, 190005, the Russian Federation

e-mail: akrylov@b10.vniim.ru

Irina Yu. Tkachenko – Leading Engineer, Scientific and Research Department of State Standards in Organic and Inorganic Analysis Sphere, D.I. Mendeleyev Institute for Metrology, (VNIIM).

19 Moskovskiy Ave., Saint-Petersburg, 190005, the Russian Federation

e-mail: ti@b10.vniim.ru

Alena Yu. Mikhееva – Cand. Sci. (Chem.), Leading Researcher, Scientific and Research Department of State Standards in Organic and Inorganic Analysis Sphere, D.I. Mendeleyev Institute for Metrology, (VNIIM).

19 Moskovskiy Ave., Saint-Petersburg, 190005, the Russian Federation

e-mail: may@b10.vniim.ru

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ, ПРЕДНАЗНАЧЕННОГО ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МУТНОСТИ

© Горяева Л.И., Лебедева Е.Л.

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

Поступила в редакцию 15 февраля 2017 г., после доработки – 25 мая 2017 г.

Принята к публикации 29 мая 2017 г.

Введение. Представлена информация о разработке стандартного образца минерального состава воды природной. Раствор материала, содержащегося в экземпляре стандартного образца, в дистиллированной воде имитирует минеральный состав природной поверхностной воды. Аттестуемыми характеристиками стандартного образца являются массовые концентрации нитрат-ионов, хлорид-ионов и фторид-ионов, железа общего и мутности по формазиновой шкале.

Материалы и методы. Установление аттестованных значений массовых концентраций компонентов выполнено по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления, для аттестованного значения мутности по формазиновой шкале – по аттестованной методике измерений турбидиметрическим методом.

Результаты исследования. Относительная расширенная неопределенность (при $k = 2$) аттестованных значений мутности не превышает 5 %, массовых концентраций компонентов – 3,5 %. Относительная стандартная неопределенность от неоднородности не превышает 1,0 %. Срок годности разработанного стандартного образца установлен равным 3 года.

Обсуждение и заключения. Разработанный стандартный образец внесен в Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 10815–2016. Стандартный образец предназначен для контроля точности результатов измерений аттестованных характеристик, в том числе при проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний. Стандартный образец может применяться при аттестации методик измерений.

Ключевые слова: мутность, нитрат, фторид, хлорид, общее железо, вода природная, формазин, турбидиметрия, стандартный образец

Ссылка при цитировании:

Горяева Л.И., Лебедева Е.Л. Разработка стандартного образца минерального состава воды природной, предназначенного для контроля точности измерений мутности. Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 1. С. 27–36. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-27-36.

For citation:

Gorjaeva L.I., Lebedeva E.L. Development of certified reference material of mineral composition of natural water designed to control of turbidity measurement accuracy. *Standartnye obrazcy = Reference materials*, 2017, vol. 13, no. 1, pp. 27–36. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-27-36. (In Russ.)

DEVELOPMENT OF CERTIFIED REFERENCE MATERIAL OF MINERAL COMPOSITION OF NATURAL WATER DESIGNED TO CONTROL OF TURBIDITY MEASUREMENT ACCURACY

© Liudmila I. Gorjaeva, Elena L. Lebedeva

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
Ekaterinburg, the Russian Federation
e-mail: gorieva@uniim.ru

Received – February 15, 2017; Revised – May 25, 2017

Accepted for publication – May 29, 2017

Introduction. *The results of development of a certified reference material (CRM) of mineral composition of natural water are presented. A solution prepared from the material of the CRM specimen imitates mineral composition of natural surface water. The certified values are mass fractions of nitrate ions, chloride ions, fluoride ions, and total iron and turbidity according to formazine scale.*

Materials and methods. *The certified values of mass concentrations of the components were determined using calculated experimental evaluation procedure; the certified turbidity value was determined using the certified turbidimetric method.*

Results. *The relative expanded uncertainty ($k = 2$) of the certified turbidity values does not exceed 5 %, the same value for mass concentrations is not more than 3.5 %. Relative standard uncertainty from heterogeneity does not exceed 1.0 %. The shelf life of the developed CRM is set to 3 years.*

Discussion and conclusion. *Developed CRM was registered in the State Register of CRM's as GSO 10815–2016. The CRM is designed to control the accuracy of results of the certified characteristics measurements, including proficiency testing of laboratories using interlaboratory comparative tests. The CRM can be used for validation of measurement procedures.*

Keywords: turbidity, nitrate, fluoride, chloride, total iron, natural water, formazine, turbidimetry, certified reference material

Принятые сокращения

БПК – биологическое потребление кислорода
ВОЗ – Всемирная организация здравоохранения
ЕМ – единица мутности
ЕМФ – единица мутности по формазиневой шкале
МСИ – межлабораторные сличительные испытания
ПДК – предельно допустимая концентрация
СО – стандартный образец
ХПК – химическое потребление кислорода

Abbreviations

BOD – biochemical oxygen demand
WHO – World Health Organization
TU – Turbidity Unit
FTU – Formazine Turbidity Unit
NTU – Nephelometric Turbidity Unit
ICT – interlaboratory comparative tests
MPC – maximum permissible concentration
RM – reference material
COD – chemical oxygen demand

Введение

Одним из показателей качества природной воды водоемов рыбохозяйственного, санитарно-бытового и питьевого назначения является мутность. Мутность воды – результат взаимодействия между светом и взвешенными в воде частицами, вызывающий снижение прозрачности воды. Мутность природной

воды обусловлена присутствием в ней взвешенных нерастворенных и коллоидных веществ неорганического и органического происхождения – взвешенных частиц почвы, глины и ила, кремниевой кислоты, гидроксидов железа и алюминия, органических коллоидных веществ, микроорганизмов и планктона, которые нарушают прохождение света.

Высокая мутность оказывает отрицательное влияние на микробиологическое качество питьевой воды, способствуя росту числа бактерий и вирусов на поверхности взвешенных частиц. Способность взвешенных частиц к адсорбции может также привести к захватыванию присутствующих в воде вредных веществ, в частности к образованию прочных гуминовых комплексов токсичных металлов. Имеется связь между высокой мутностью воды и ее привкусом и запахом. Мутность является простым и наглядным показателем изменения качества воды. Внезапное изменение мутности указывает на дополнительный источник загрязнения (природный или техногенный) или сигнализирует о проблемах в процессе обработки воды. Значение мутности воды централизованных источников питьевого водоснабжения является мерой эффективности процессов водоподготовки – коагуляции, осаждения, фильтрации.

Определение мутности проб водных объектов является одним из наиболее распространенных видов измерений при химическом анализе вод и входит в область деятельности значительного числа аналитических лабораторий. Несмотря на простоту методик измерений мутности, результаты измерений обычно содержат значительные ошибки, обусловленные влиянием температуры анализируемых проб воды, осаждением взвешенных частиц на стенках химической посуды, степенью чистоты веществ, использованных для приготовления стандартной формазиновой суспензии, и другими факторами. Результаты измерений мутности проб воды, полученные в разных лабораториях, можно сопоставить только при условии, что они получены одним методом, при одной длине волны.

Организация внутреннего контроля точности измерений и участие в проверках квалификации или иных видах межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) являются одними из обязательных требований к аккредитованным лабораториям по ГОСТ ИСО/МЭК 17025 [1]. Как внутренний, так и внешний контроль точности требует наличия образцов для контроля, которые позволяли бы достоверно оценивать качество получаемых лабораторией результатов измерений. Наиболее эффективным способом контроля точности измерений показателей состава и свойств веществ и материалов является проведение измерений с использованием стандартных образцов (СО). При этом обоснованность переноса заключений о точности результатов измерений, полученных на материале СО, на результаты измерений рабочих проб будет в значительной мере определяться степенью близости материала СО материалу рабочих проб испытываемого объекта.

Для объектов испытаний достаточно стабильного состава. В качестве исходного материала СО обычно используют материал самого объекта, прошедший специальную обработку с целью достижения требуемой однородности и стабильности. Поскольку реальные пробы водных объектов имеют сравнительно низкую временную стабильность по показателям состава и свойств, возможности создания СО с приемлемым сроком годности на естественной основе практически отсутствуют. Приемлемым выходом из этого положения является создание синтетических СО-имитаторов, растворы которых в дистиллированной воде близки по минеральному составу и некоторым свойствам к соответствующим типам вод. Начиная с 2001 года ФГУП «УНИИМ» выпускает серию СО минерального состава воды природной, в которой к настоящему времени насчитывается 12 типов (ГСО 7886–2001, ГСО 8124–2002, ГСО 8938–2008, ГСО 9450–2009, ГСО 9511–2009, ГСО 9835–2011, ГСО 9894–2011, ГСО 9895–2011, ГСО 9896–2011, ГСО 10168–2012, ГСО 10448–2014, ГСО 10815–2016). Аттестуемыми характеристиками СО являются массовые концентрации отдельных элементов, анионов и некоторые свойства воды (жесткость, ХПК, БПК, перманганатная окисляемость).

Целью настоящей работы была разработка стандартного образца-имитатора минерального состава воды природной, предназначенного для контроля точности измерений мутности.

Обзор литературы

Наиболее распространенным методом измерения мутности воды является турбидиметрический метод, основанный на измерении интенсивности света, прошедшего через воду, содержащую взвешенные частицы. Метод может быть реализован в нескольких вариантах в зависимости от положения детектора по отношению к направлению светового луча. Обычно измерения интенсивности света проводят в прямом направлении светового луча или под углом 90° к этому направлению.

Турбидиметрический метод измерений является косвенным и требует градуировки используемого средства измерений по стандартным суспензиям. Традиционно при измерениях мутности воды в качестве стандартной используют суспензию каолина, а результат измерений выражают в миллиграммах (каолина) на дециметр кубический. Подготовка каолиновой суспензии является достаточно трудоемкой, и каолиновая единица мутности плохо воспроизводится.

В России и за рубежом вместо каолиновой суспензии широкое распространение при измерениях мутности

воды получило использование стандартной суспензии формазина.

Формазин был впервые синтезирован в 1926 году Кингсбери и Кларком [2]. Он представляет собой полимерное вещество красного цвета, образующееся при взаимодействии в водном растворе сульфата гидразина $((\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4)$ и гексаметилентетрамина $((\text{CH}_2)_6\text{N}_4)$. Реакция проходит в две стадии. На первой стадии гексаметилентетрамин взаимодействует с серной кислотой от сульфата гидразина с образованием формальдегида. Затем в результате реакции формальдегида с гидразином образуется формазин. Поскольку молекулы формазина имеют разную массу и размеры, а также в результате скручивания могут существенно различаться по форме, суспензия гидразина хорошо моделирует природную воду, содержащую разнообразные взвешенные частицы.

Для приготовления основной стандартной суспензии формазина необходимо растворить навеску сульфата гидразина массой 0,50 г и навеску гексаметилентетрамина массой 5,00 г в 1 дм³ дистиллированной воды и выдержать раствор при температуре 25 °С в течение не менее 24 часов. Мутность основной стандартной суспензии формазина считают равной 400 ЕМФ/дм³ и обозначают 400 ЕМФ. Основная стандартная суспензия формазина нетоксична, проста и дешева в приготовлении, обладает хорошей временной стабильностью без консервации и не требует особых условий хранения. При использовании исходных веществ надлежащего качества и при точном соблюдении процедуры приготовления и условий хранения стандартная суспензия формазина воспроизводится с точностью до 1 %.

В европейских странах единицу мутности по формазину обозначают 1 FTU (Formazine Turbidity Unit). Агентство по охране окружающей среды США (U.S.EPA) и Всемирная организация здравоохранения (ВОЗ) используют единицу измерения мутности NTU (Nephelometric Turbidity Unit) [3, 4]. Эти единицы измерений мутности численно равны: 1 ЕМФ = 1 FTU = 1 NTU.

В действующем в настоящее время в России ГОСТ 3351 [5] при измерениях мутности питьевой воды допускается использование как каолиновой, так и формазинной шкалы и установлено соотношение между единицами: 1 ЕМФ = 0,58 мг/дм³. С 1 января 2018 года в России вводится в действие ГОСТ Р 57164 [6], в котором при измерениях мутности питьевой воды регламентировано применение только формазинной шкалы мутности.

Мутность природной воды, в том числе воды источников питьевого водоснабжения, может колебаться в значительных пределах. По нормам СанПиН 2.1.4.1074 [7]

мутность питьевой воды не должна быть выше 1,5 мг/дм³ (2,6 ЕМФ). Согласно нормам ГОСТ 2761 [8] мутность воды источников хозяйственно-питьевого водоснабжения 3-го класса не должна превышать 10,0 мг/дм³ (17,24 ЕМФ) для подземных источников и 10 000 мг/дм³ (17241 ЕМФ) для поверхностных источников. Основной причиной нормирования является то, что мутная вода защищает микроорганизмы при ультрафиолетовом обеззараживании и способствует росту бактерий. ВОЗ с точки зрения влияния на здоровье человека мутность не нормирует, с точки зрения внешнего вида рекомендует мутность не выше 5 NTU, а с точки зрения обеззараживания – не выше 1 NTU.

Материалы и методы

В качестве исходных веществ для приготовления материала СО были использованы промышленно выпускаемые реактивы минеральных солей. При выборе реактивов принимали во внимание растворимость в воде, отсутствие в составе вещества кристаллизационной воды, устойчивость состава каждого индивидуального вещества, цвет получаемого раствора и другие факторы.

В каждом из реактивов, использованных в качестве исходных веществ для приготовления материала СО первой партии, были проведены измерения массовой доли основного вещества по аттестованным методикам измерений, основанным на методе визуальной титриметрии. Коэффициент поправки соответствующего титранта устанавливали с использованием стандартных образцов исходных химических веществ – калия двухромовокислого (ГСО 2215–81¹), натрия хлористого (ГСО 4391–88²) и трилона Б (ГСО 2960–84³).

Исходные вещества были измельчены до крупности частиц не более 0,044 мм в ступке из диоксида циркония, высушены при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы. Подготовленные реактивы хранили в склянках из темного стекла с пришлифованными пробками, в эксикаторе, заполненном прокаленным при температуре около 500 °С гранулированным хлоридом кальция.

Навески исходных веществ были отобраны на аналитических весах I&DJR-202 (Япония), обеспечивающих измерения массы с погрешностью не более $\pm 0,00014$ г

¹ ГСО 2215–81 СО состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда // Росстандарт [сайт]. URL: http://fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%202215-81.

² ГСО 2960–84 СО состава трилона Б 1-го разряда // Росстандарт [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%202960-84.

³ ГСО 2960–84 СО состава трилона Б 1-го разряда // Росстандарт [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%202960-84.

в диапазоне от 0,001 до 42 г. Навески были объединены и тщательно перемешаны в сосуде из нержавеющей стали методом «пьяная бочка».

При проведении испытаний с целью утверждения типа СО от подготовленного материала первой партии СО до его расфасовки на экземпляры была отобрана проба массой примерно 3,5 г. Проба была высушена при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы. От высушенной пробы были отобраны 10 навесок массой по (250 ± 3) мг, что соответствует массе материала в одном экземпляре СО. Каждая навеска была помещена в пакет из кальки и запаяна в полиэтилен. До проведения измерений экземпляры СО хранили в помещении лаборатории при комнатной температуре.

При исследовании однородности материала СО каждую навеску растворяли в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в дистиллированной воде с добавлением 1–2 см³ азотной кислоты. Объем каждого раствора доводили до 1 дм³. В условиях повторяемости измеряли массовую концентрацию железа в каждом приготовленном растворе методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой в соответствии с РЭ 251–0068 «ГВЭТ 196-1-2012. Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах. Руководство по эксплуатации»¹. Результаты измерений были обработаны в соответствии с РМГ 93–2015 [9].

Определение аттестованного значения мутности проводили турбидиметрическим методом с использованием калиброванного спектрофотометра марки ПЭ-5400ВИ производства ООО «ЭКОХИМ» в условиях внутрилабораторной прецизионности. С интервалом в несколько дней измеряли мутность по формазиневой шкале в растворе одного из экземпляров СО. Подготовку СО к измерениям проводили в соответствии с инструкцией по его применению. В соответствии с сертификатом калибровки спектрофотометра № 149–268–251 расширенная неопределенность измерений при $k = 2$ коэффициента пропускания при длине волны $\lambda = 520$ нм не превышает 0,32 %. Градуировку спектрофотометра проводили по ГСО 7271–96² – стандартному образцу мутности (формазиневая суспензия).

¹ ГВЭТ 196–1–2012 Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/081_etalon_s_v/disp.aspx?id=315.

² ГСО 7271–96 СО мутности (формазиневая суспензия) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%207271-96.

Результаты и обсуждение

В 2016 году был разработан стандартный образец минерального состава воды природной (МСВ М), предназначенный для контроля точности результатов измерений массовых концентраций нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, железа общего и мутности по формазиневой шкале турбидиметрическим методом в питьевой воде, природных и очищенных сточных водах.

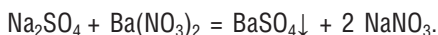
Материалом СО МСВ М является механическая смесь растворимых в воде веществ. Каждый экземпляр СО представляет собой навеску исходного материала массой (250 ± 3) мг, которая предназначена для получения 1 дм³ раствора путем растворения в дистиллированной воде. Состав раствора близок к составу природной воды, содержащей нитрат-ионы, хлорид-ионы, фторид-ионы, сульфат-ионы, железо общее и некоторые другие компоненты.

При выборе интервалов допустимых значений массовых концентраций аттестуемых компонентов в материале СО учитывали значения предельно допускаемых концентраций (ПДК) этих компонентов в питьевой воде [7], границы диапазонов измерений наиболее распространенных аттестованных методик измерений, а также степень минерализации природных поверхностных вод. Необходимость учета степени минерализации (сухого остатка) природных поверхностных вод приводит к ограничению массы материала СО в одном экземпляре и тем самым к ограничению возможных значений аттестуемых компонентов в материале СО.

В состав материала СО входит комплексное неорганическое соединение, содержащее железо. Наличие железа обусловлено стремлением максимально приблизить компонентный состав раствора материала СО-имитатора к составу природной поверхностной воды, в которой железо присутствует практически всегда. С учетом того что железо оказывает мешающее влияние при измерениях содержания фторидов в пробах воды как фотометрическим, так и ионометрическим методом, присутствие в растворе материала СО железа, в частности, позволяет лабораториям по результатам контроля точности измерений ионометрическим методом с применением данного СО правильно подобрать буферный раствор и другие условия измерений. Как показали предварительные исследования, выполненные на стадии разработки СО, и результаты МСИ, проведенных с применением этого образца в аккредитованных лабораториях, присутствие в материале СО железа не приводит к значимому увеличению погрешности результатов измерений массовой концентрации фторидов

фотометрическим и ионометрическим методами по сравнению с погрешностью, установленной при аттестации методики измерений.

Мутность раствора, получаемого при растворении материала СО в 1 дм³ дистиллированной воды, обусловлена тонкодисперсной взвесью, которая образуется в результате реакции обмена между нитратом бария и сульфатом натрия, входящими в состав материала СО:



Частицы взвеси сульфата бария имеют различные формы и размеры аналогично взвешенным частицам, присутствующим в природной воде. Значение мутности по формазиневой шкале раствора СО хорошо воспроизводится в пределах нескольких часов при условии тщательного перемешивания при каждом измерении.

Исследование однородности материала СО

Полученный материал СО был исследован на однородность. В качестве компонента-индикатора однородности было использовано железо общее. При выборе компонента-индикатора было учтено следующее:

1. Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации железа при растворении материала одного экземпляра СО в 1 дм³ дистиллированной воды составляет от 0,1 мг/дм³ до 1,5 мг/дм³. При этом массовая доля железа в материале СО составляет от 0,04 % до 0,6 %. Минимальные значения массовой доли каждого из остальных компонентов материала СО также составляют не менее 0,04 %.

2. Все исходные вещества, которые входят в состав материала СО, имеют одинаковую крупность частиц.

3. Массовую концентрацию железа в растворе материала СО можно измерить методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой без проведения дополнительной пробоподготовки, что позволяет провести исследования по оцениванию однородности материала СО в условиях, близких к условиям повторяемости.

Результаты экспериментов, выполненных на стадии разработки СО, показали, что стандартная неопределенность от межэкземплярной неоднородности для мутности раствора материала СО в 1 дм³ дистиллированной воды не превышает значения стандартной неопределенности от неоднородности для железа при значениях мутности от 1 ЕМФ до 20 ЕМФ и при условии, что отношение массы нитрата бария к массе железа составляет не менее 5. Соответствующее ограничение учтено в методике приготовления материала СО.

В соответствии с требованиями технического задания на разработку СО относительная стандартная неопределенность от неоднородности u_g для железа не должна превышать 1,0 %. При выполнении этого условия относительную стандартную неопределенность от неоднородности материала СО для всех аттестуемых компонентов и мутности принимают равной 1,0 %.

Для материала первой партии СО величина $u_g = 0,79$ %. Материал первой партии СО признан однородным.

Исследование стабильности материала СО

Стабильность аттестованных значений материала СО в течение предполагаемого срока годности (3 года) была подтверждена стабильностью близкого по составу ГСО 7886–2001¹ – стандартного образца минерального состава воды природной (МСВ А1), а также результатами экспериментальных исследований воспроизводимости значения мутности по формазиневой шкале, проведенных в течение 2,5 года на материале опытной партии СО. Относительная стандартная неопределенность от нестабильности значения мутности по формазиневой шкале для экземпляров опытной партии СО составила 0,53 % и была учтена при установлении расширенной неопределенности аттестованного значения мутности.

Определение аттестованных значений и их неопределенностей

Установление аттестованных значений массовых концентраций нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов и железа общего в растворе материала, содержащегося в одном экземпляре СО, было выполнено по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления в соответствии с МИ 1992 [10].

При оценивании относительной расширенной неопределенности аттестованных значений массовых концентраций компонентов учитывали:

- вклады, связанные с установлением массовой доли основного вещества и (в необходимых случаях) примесей в каждом из исходных веществ;
- вклады, обусловленные неточностью измерений масс навесок исходных веществ при приготовлении материала СО и масс навесок материала СО при его расфасовке на экземпляры;
- допускаемые методикой приготовления материала СО отклонения масс навесок исходных веществ и навесок готового материала СО от расчетных значений;

¹ ГСО 7886–2001 СО минерального состава воды природной (СО МСВ А1) // Росстандарт [сайт]. URL: http://fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%207886-2001.

- вклады за счет потерь при переносе материала СО в раствор;
- вклад от измерений объема при приготовлении раствора СО;
- вклад от межэкземплярной неоднородности материала СО.

Относительная расширенная неопределенность аттестованных значений массовых концентраций компонентов при коэффициенте охвата 2 не превышает 3,5 %.

Определение аттестованного значения мутности проводили турбидиметрическим методом по аттестованной методике измерений, разработанной на основе ПНД Ф 14.1:2.4.213 [11]. Предварительно было установлено, что мутность раствора материала СО достигает максимального значения примерно через 30 минут после растворения при использовании дистиллированной воды с температурой $(20 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

Аттестованное значение СО мутности по формазиновой шкале для экземпляров первой партии было принято равным среднему арифметическому значению полученных результатов 10 измерений – 3,50 ЕМФ. Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата 2 аттестованного значения мут-

ности по формазиновой шкале с учетом вкладов от возможной неоднородности и нестабильности материала СО не превышает 5 %.

СО МСВ М был внесен в Государственный реестр утвержденных типов СО под номером ГСО 10815–2016¹. Требования к метрологическим характеристикам СО, установленные в описании типа СО, приведены в табл. 1.

Метрологические характеристики СО

Требования к метрологическим характеристикам СО, установленные в описании типа СО, приведены в табл. 1.

Достаточно широкие диапазоны допускаемых значений позволяют изготовителю выпускать партии СО данного типа, существенно различающиеся по значениям каждой аттестованной характеристики. В паспорте и на этикетке экземпляра СО обязательно указан номер партии, что позволяет однозначно идентифицировать материал СО. В табл. 2 приведены значения метрологических характеристик экземпляров СО партии

¹ ГСО 10815–2016 СО минерального состава воды природной (МСВ М) // Росстандарт [сайт]. URL: http://fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%2010815-2016.

Таблица 1. Требования к метрологическим характеристикам ГСО 10815–2016
Table 1. Requirements for the metrological characteristics of CRM 10815–2016

Аттестуемая характеристика СО, единица величины	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при коэффициенте охвата 2
Массовая концентрация нитрат-ионов (NO_3^-), мг/дм ³	1–75	3,5 %
Массовая концентрация хлорид-ионов (Cl^-), мг/дм ³	5–150	3,5 %
Массовая концентрация фторид-ионов (F^-), мг/дм ³	0,1–10	3,5 %
Массовая концентрация железа общего, мг/дм ³	0,1–1,5	3,5 %
Мутность по формазиновой шкале, ЕМФ	1–20	5 %

Таблица 2. Значения метрологических характеристик партии № 1 ГСО 10815–2016
Table 2. Values of metrological characteristics of GSO 10815–2016, batch 1

Аттестованная характеристика СО, единица величины	Аттестованное значение СО	Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения СО при коэффициенте охвата 2, %
Массовая концентрация нитрат-ионов (NO_3^-) мг/дм ³	20	3,5
Массовая концентрация хлорид-ионов (Cl^-), мг/дм ³	100	3,5
Массовая концентрация фторид-ионов (F^-), мг/дм ³	0,4	3,5
Массовая концентрация железа общего, мг/дм ³	0,2	3,5
Мутность по формазиновой шкале, ЕМФ	3,5	5

№ 1 в соответствии с паспортом. Для экземпляров СО партии № 1 значение относительной расширенной неопределенности принято равным значению, установленному в описании типа СО. Это же значение будет указываться для экземпляров последующих партий СО при серийном выпуске. В процессе разработки СО было установлено, что при соблюдении требований технического задания на разработку СО методики приготовления материала СО и программы испытаний при серийном выпуске расширенная неопределенность аттестованных значений содержания компонентов в материале любой партии СО и расширенная неопределенность аттестованного значения мутности не превышают значений, установленных в описании типа СО.

Аттестованные значения массовой концентрации нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов и железа общего прослеживаются:

- к единице массы (кг) посредством использования в процессе приготовления материала СО поверенных весов;

- к единице объема (м^3) посредством использования при приготовлении раствора материала СО поверенных мерных колб;

- к государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 173–2013 посредством использования аттестованных на данном эталоне стандартных образцов состава калия двуххромовокислого (ГСО 2215–81), натрия хлористого (ГСО 4391–88) и трилона Б (ГСО 2960–84) при установлении массовой доли основного вещества в исходных реактивах.

Кроме того, прослеживаемость аттестованного значения массовой концентрации железа общего обеспечивается прямыми измерениями на ГВЭТ 196–1–2012.

Аттестованное значение мутности по формазинной шкале прослеживается к ГСО 7271–96.

СО минерального состава воды природной предназначен для контроля точности результатов измерений аттестованных характеристик, в том числе при проверке квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний. СО может применяться при аттестации методик измерений.

Заключение

Разработан и утвержден стандартный образец минерального состава воды природной (МСВ М), предназначенный для обеспечения единства измерений содержания нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, железа общего и мутности по формазинной шкале в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах. Аттестованные значения ГСО 10815–2016 прослеживаются к единицам массы, объема, ГЭТ 173–2013, ГЭТ 196–2015 и ГСО 7271–96.

Материал первой партии СО был использован для проверки квалификации посредством межлабораторных сличительных испытаний 27 аккредитованных аналитических лабораторий. Среднее значение результатов измерений, полученных участниками проверки, отклоняется от соответствующего аттестованного значения не более чем на 4 %, что является практическим подтверждением применимости разработанного СО.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартиформ, 2012. 29 с.
2. The rapid determination of albumin in urine / F.B. Kingsbury [et al.] // Journal of Laboratory and Clinical Medicine. 1926. No. 11. Pp. 981–989.
3. ISO 7027–1:2016 Water quality – Determination of turbidity – Part 1: Qualitative methods. 9 p.
4. U.S. EPA Method 180.1 Determination of turbidity by nephelometry. Washington, D.C., EPA. 1993. 10 p.
5. ГОСТ 3351–74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. С. 321–328.

REFERENCES

1. GOST ISO/IEC 17025–2009 Obshchie trebovaniia k kompetentnosti ispytel'nykh i kalibrovchnykh laboratorij [ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories]. Moscow, Standartinform Publ., 2012. 29 p. (In Russ.)
2. Kingsbury F.B., Clark C.P., Williams C., Post A.L. The rapid determination of albumin in urine. *Journal of Laboratory and Clinical Medicine*, 1926, 11, pp. 981–989.
3. ISO 7027–1:2016 Water quality – Determination of turbidity – Part 1: Qualitative methods. 9 p.
4. U.S. EPA Method 180.1 Determination of turbidity by nephelometry. Washington, D.C., EPA. 1993. 10 p.
5. GOST 3351–74 Voda pit'evaja. Metody opredeleniia vkusa, zapakha, tsvetnosti i mutnosti [State Standard 3351–74 Drinking water. Methods for determining the taste, odor, color and turbidity]. Moscow, PPC Izdatel'stvo Standartov, 2003. Pp. 321–328. (In Russ.)

6. ГОСТ Р 57164–2016 Вода питьевая. Методы определения запаха, вкуса и мутности. М.: Стандартиформ, 2016. 23 с.

7. СанПиН 2.1.4.1074–01 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. М.: Информационно-издательский центр Минздрава России, 2002. 62 с.

8. ГОСТ 2761–84 Источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Гигиенические, технические требования и правила выбора. М.: Стандартиформ, 2006. 12 с.

9. РМГ 93–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартиформ, 2011. 28 с.

10. МИ 1992–98 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическая аттестация стандартных образцов состава веществ и материалов по процедуре приготовления. Основные положения. Екатеринбург: УНИИМ, 1998. 11 с.

11. ПНД Ф 14.1:2:4.213–05 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений мутности питьевых, природных и сточных вод турбидиметрическим методом по каолину и по формазину. М.: ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия», 2005. 14 с.

6. GOST R 57164–2016 Voda pit'evaia. Metody opredeleniia zapakha, vkusa i mutnosti [State Standard 3351–74 Drinking water. Methods for determining the odor, taste and turbidity]. Moscow, Standartinform Publ., 2016. 23 p. (In Russ.)

7. SANPIN 2.1.4.1074–01 Pit'evaja voda. Gigienicheskie trebovaniia k kachestvu vody centralizovannykh sistem pit'evogo vodosnabzheniia. Kontrol' kachestva [Sanitary Rules and Norms 2.1.4.1074–01 Potablewater. Hygienic requirements for water quality in central potable water supply systems. Quality control]. Moscow, Informatsionno-izdatel'skij centr Minzdrava Rossii, 2002. 62 p. (In Russ.)

8. GOST 2761–84 Istochniki tsentralizovannogo khoziajstvenno-pit'evogo vodosnabzheniia. Gigienicheskie, tekhnicheskie trebovaniia i pravila vybora [State Standard 2761–84 Sources of centralized household and drinking water supply. Hygienic, technical requirements and selection rules]. Moscow, Standartinform Publ., 2006. 12 p. (In Russ.)

9. RMG 93–2009 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Otsenivanie metrologicheskikh kharakteristik standartnykh obraztsov [Recommendations on interstate standardization 93–2009 State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials]. Moscow, Standartinform Publ., 2011. 28 p. (In Russ.)

10. MI 1992–98 Rekomendatsiia. Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Metrologicheskaiia attestatsiia standartnykh obraztsov sostava veshchestv i materialov po protsedure prigotovleniia. Osnovnye polozheniia [Methodical instruction 1992–98 Recommendation. State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrological certification of reference materials of substances and materials according to the preparation procedure. Main principles]. Ekaterinburg: UNIIM Publ., 1998. 11 p. (In Russ.)

11. PND F 14.1:2:4.213–05 Kolichestvennyi khimicheskii analiz vod. Metodika vypolneniia izmerenij mutnosti pit'evykh, prirodnykh i stochnykh vod turbidimetricheskim metodom po kaolinu i po formazinu [Federal Environmental regulations 14.1:2:4.213–05 Quantitative chemical analysis of water. Method for measuring the turbidity of drinking water, natural water and sewage water using kaoline and formazineturbidimetric methods]. Moscow, FCAA, 2005. 16 p. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Горяева Людмила Ивановна –

канд. хим. наук, ведущий научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения nanoиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

Российская Федерация, 620000, Екатеринбург,

Красноармейская, 4

тел.: (343) 217-48-62

e-mail: gorieva@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Liudmila I. Gorjaeva –

Cand. Sci. (Chem.), Leading Researcher, Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials, Ural Scientific Research Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation

e-mail: gorieva@uniim.ru

Лебедева Елена Леонидовна –

канд. хим. наук, научный сотрудник лаборатории метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

Российская Федерация, 620000, Екатеринбург, Красноармейская, 4

тел.: (343) 217-85-90

e-mail: LebedevaEL@uniiim.ru

ORCID ID: 0000-0002-7942-0600

Elena L. Lebedeva –

Cand. Sci. (Chem.), Researcher, Laboratory for Metrological Assurance of Nano Industry, Spectral Methods of Analysis and Reference Materials, Ural Scientific Research Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation

e-mail: LebedevaEL@uniiim.ru

ORCID ID: 0000-0002-7942-0600

■ ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / THE USE OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-12-1-37-42

УДК 620.179.1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ КОНТРОЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОЦЕНКИ РАБОТОСПОСОБНОСТИ ДЕФЕКТОСКОПИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ И ОЦЕНКИ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ КАПИЛЛЯРНОГО КОНТРОЛЯ

© Лобанова И.С., Калиниченко А.Н., Калиниченко Н.П., Камышева Е.Н.

Физические методы и приборы контроля качества, Институт неразрушающего контроля,
Томский политехнический университет (ФГАОУ ВО «НИ ТПУ»), г. Томск, Российская Федерация
e-mail: konarevai007@tpu.ru

Поступила в редакцию 27 февраля 2017 г., после доработки – 12 марта 2017 г.

Принята к публикации 17 марта 2017 г.

Введение. Капиллярный метод неразрушающего контроля является одним из наиболее широко используемых методов для выявления поверхностных несплошностей в твердых непористых материалах. Данный метод хорошо зарекомендовал себя при поиске дефектов в деталях из любых непористых материалов, в том числе стекла, керамики, пластмассы, магнитных и немагнитных металлах и сплавах. Дефектоскопические материалы и контрольные образцы являются основными средствами капиллярного контроля. Образцы служат для определения работоспособности дефектоскопических материалов и оценки чувствительности технологии контроля.

Цель работы – оценка влияния параметров несплошностей типа трещин в образцах из неметалла для определения возможности применения таких образцов для оценки чувствительности технологии контроля.

Методы исследования. Параметры несплошностей в неметаллических контрольных образцах определяли с помощью микроскопа, затем полученные данные подвергали статистической обработке в соответствии с ГОСТ 8.736–2011 «Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения».

Результаты. По результатам исследования выявлено, что образцы из неметаллического материала пригодны для определения работоспособности наборов дефектоскопических материалов, а также возможности применения данных образцов для оценки чувствительности капиллярного контроля, так как трещины в образцах получают практически прямыми.

Ключевые слова: неметалл, фольга, вытравливание, контрольный образец, дефектоскопический материал, работоспособность, оценка чувствительности, капиллярный контроль, раскрытие, неразрушающий контроль, поверхностная несплошность, непористый материал, дефект в деталях

Ссылка при цитировании:

Определение возможности применения неметаллических контрольных образцов для оценки работоспособности дефектоскопических материалов и оценки чувствительности капиллярного контроля / И.С. Лобанова [и др.] // Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 1. С. 37–42. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-37-42.

For citation:

Lobanova I.S., Kalinichenko A.N., Kalinichenko N.P., Kamysheva E.N. Possibility of using nonmetallic check samples to assess the sensitivity of penetrant testing. *Standartnye obrazcy = Reference materials*, 2017, vol. 13, no. 1, pp. 37–42. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-37-42. (In Russ.)

POSSIBILITY OF USING NON-METALLIC CHECK SAMPLES TO ASSESS THE PERFORMANCE OF PENETRANT MATERIALS AND THE SENSITIVITY OF PENETRANT TESTING

© Irina S. Lobanova, Aleksey N. Kalinichenko, Nikolay P. Kalinichenko, Ekaterina N. Kamysheva

Department of Physical methods of Non-destructive testing, Institute of Non-destructive Testing, National Research Tomsk Polytechnic University (NR TPU), Tomsk, the Russian Federation
e-mail: konarevai007@tpu.ru

Received – February 27, 2017; Revised – March 12, 2017

Accepted for publication – 17 March, 2017

Introduction. Liquid penetrant testing (PT) is one of the most widely used non-destructive testing methods for detecting surface discontinuities in nonporous solid materials. This method has shown good results when looking for defects in details made of any nonporous materials including glass, ceramics, plastic, magnetic or non-magnetic metals or alloys. Penetrant materials and check samples are the main tools for PT. The samples are used to estimate the performance of penetrant materials and to evaluate the sensitivity of the testing technology.

Aim of the paper. The paper aims to evaluate the discontinuity parameters, such as cracks, in non-metal samples to determine the feasibility of using these samples to assess the sensitivity of the testing technology.

Methods. Discontinuity parameters in non-metallic check samples were determined using a microscope, and then the data was statistically processed in accordance with GOST 8.736-2011 "Multiple direct measurements. Methods of measurement results processing. Main principles".

Results. The conducted study has showed that samples made of non-metallic material can be used to estimate the performance of penetrant families, as well as to assess penetrant testing sensitivity since the cracks in samples are virtually straight.

Key words: non-metal, foil, etching, check sample, penetrant material, performance, sensitivity evaluation, penetrant testing, opening, non-destructive testing, surface discontinuity, nonporous material, defect in details

Теория

Для оценки качества и определения работоспособности дефектоскопических материалов в капиллярном контроле применяют контрольные образцы с дефектами. В частности, распространены образцы в виде пластин с поперечными трещинами, пересекающими поверхность от торца к торцу или с трещинами, радиально расходящимися от центра. Изготавливают образцы, как правило, из стали. Однако встречаются контрольные образцы из алюминия, латуни и других материалов. Известны образцы с поверхностью, упрочненной химико-термической обработкой – азотированием, цементированием, цианированием, алитированием, термодиффузионным хромированием. Трещины в таких образцах получают путем их изгиба или растяжения [1–7]. В ранних работах Н.П. Калиниченко и соавторов [8–10] был предложен вариант изготовления контрольных образцов из неме-

таллического материала, с заданными параметрами дефекта, такими как ширина, глубина и длина. Дефекты в таких образцах получают путем вытравливания металлической фольги с толщиной, соответствующей разным классам чувствительности капиллярного контроля, из неметаллического основания, выполненного из эпиксидного материала.

Раскрытие трещин измеряют на металлографическом микроскопе. Размеры дефектов заносят в паспорт на контрольный образец.

Проверку работоспособности материалов оценивают в начале каждой смены или при их замене, то есть при поступлении на участок контроля новой партии материалов. Ее проводят однократно с применением одного-двух образцов с известными трещинами. На образце выполняют технологию капиллярного контроля с использованием испытываемых дефектоскопических

материалов. Работоспособность оценивают по альтернативному признаку – выявлены или не выявлены трещины на образце. Полученный индикаторный рисунок сравнивают с дефектограммой, представленной в паспорте на контрольный образец. При этом обращают внимание на полноту выявления трещин, контраст рисунка, его резкость.

Оценку чувствительности процесса проводят с учетом заданного уровня процесса контроля. Под чувствительностью обычно понимают размер минимального по величине дефекта (ширина), выявляемого данным методом дефектоскопии по принятой технологии. При выполнении экспериментов по оценке порога чувствительности капиллярного контроля вероятность выявления дефектов принимают равной 0,9 при доверительной вероятности 0,95 [11].

Исследования

На примере образцов из неметаллического материала по способу изготовления, предложенного авторами [8–10], оценим, действительно ли они пригодны для оценки работоспособности дефектоскопических материалов и оценки чувствительности процесса капиллярного контроля.

Для проведения исследований была изготовлена партия образцов с запертой единичной трещиной, соответствующей II и III классам чувствительности капиллярного контроля. Ширину трещин измеряли на чистых образцах на микроскопе Meiji Techno MC 50 (Япония) с разрешающей способностью 1 мкм. Затем полученные результаты подвергались статистической обработке.

Согласно методике, представленной в статье А.Ю. Глазкова [11], измерение ширины раскрытия трещин при аттестации образцов, предназначенных для проверки работоспособности дефектоскопических материалов

и оценки чувствительности капиллярного контроля, несколько отличается.

При аттестации образцов для проверки работоспособности дефектоскопических материалов достаточно проводить измерения в 3–5 точках по длине трещины.

Для аттестации образцов, предназначенных для оценки чувствительности технологии контроля, ширину трещин требуется знать точнее. Как правило, трещины имеют небольшие изломы, изгибы и непостоянную ширину. Все это влияет на выявляемость трещин. Поэтому в набор образцов для оценки чувствительности контроля должны подбираться однотипные образцы по возможности с прямыми трещинами. Количество измерений в таком случае составляет 30–60 случайных точек.

Результаты

1) Статистическая обработка результатов измерений параметров образцов для проверки работоспособности

Согласно стандарту ГОСТ 8.736–2011[12] окончательный результат измерений записывают в следующем виде:

$$B \pm \Delta b, P \quad (1)$$

где Δb – границы погрешности измерения, мкм;

$P = 0,95$ – установленная вероятность, с которой погрешность измерения находится в этих границах.

Результаты измерений представлены в табл. 1.

2) Статистическая обработка результатов измерений параметров образцов для оценки порога чувствительности технологии капиллярного контроля

Как описано в работах [1–5], недостатками образцов из металлического материала является то, что непостоянство возникающих в образце напряжений вызывает переменную глубину и ширину раскрытия трещин по их длине. Изгиб эталона в процессе его нагружения приводит к его искривлению, это влечет за собой

Таблица 1. Статистическая обработка результатов измерений для определения работоспособности дефектоскопических материалов на контрольных образцах из неметалла

Table 1. Statistical analysis of measurement results for determining the performance of penetrant materials on non-metal check samples

№ образца	Раскрытие, мкм				Коэффициент вариации, %
	Средняя ширина раскрытия, мкм	Стандартное отклонение при доверительной вероятности $P = 0,95$	Мин.	Макс.	
14ф	17,0	2,5	12,0	22,0	14,7
15ф	22,5	3,0	15,0	28,0	13,3
16ф	18,0	2,5	12,0	23,0	13,8

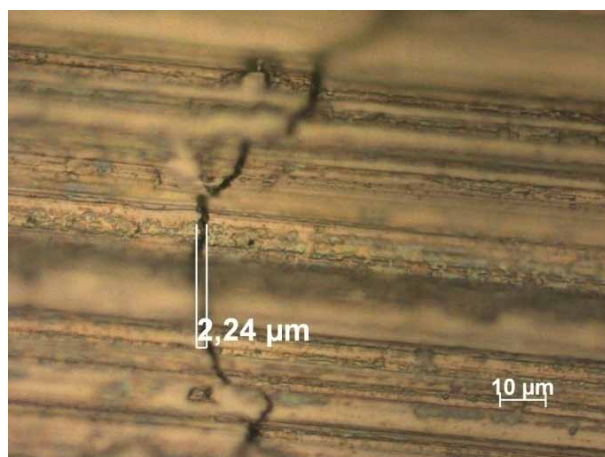


Рис. 1. Трещина в металлическом образце
Fig. 1. A crack in a metal sample

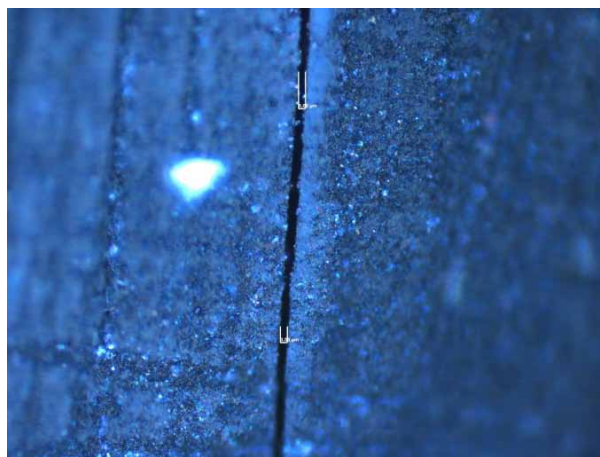


Рис. 2. Трещина в неметаллическом образце
Fig. 2. A crack in a non-metal sample

Таблица 2. Статистическая обработка результатов измерений ширины раскрытия контрольных образцов из неметалла для оценки чувствительности капиллярного контроля

Table 2. Statistical analysis of measurement results for the crack width opening of non-metal check samples to evaluate the sensitivity of penetrant testing

№ образца	Раскрытие, мкм				Коэффициент вариации, %
	Средняя ширина раскрытия, мкм	Стандартное отклонение при доверительной вероятности $P = 0,95$	Мин.	Макс.	
14ф	17,5	2,3	12,0	22,0	6,4
15ф	23,5	2,8	15,0	28,0	8,0
16ф	18,5	2,2	12,0	23,0	12,0

произвольное изменение ширины раскрытия трещин по длине и непрямолинейности получаемого дефекта, что показано на рис. 1.

Контрольные образцы, получаемые путем вытравливания [8–10], позволяют реализовать дефекты с заданными параметрами (шириной раскрытия, длиной и глубиной), что иллюстрирует рис. 2.

При оценке параметров образцов для оценки чувствительности контроля были использованы те же образцы, что и для оценки работоспособности дефектоскопических материалов. Измерения проводились в 50 точках по длине трещины образца. Результаты представлены в табл. 2 и на рис. 3, 4, 5.

Заключение

В статье представлены способы изготовления контрольных образцов для капиллярной дефектоскопии.

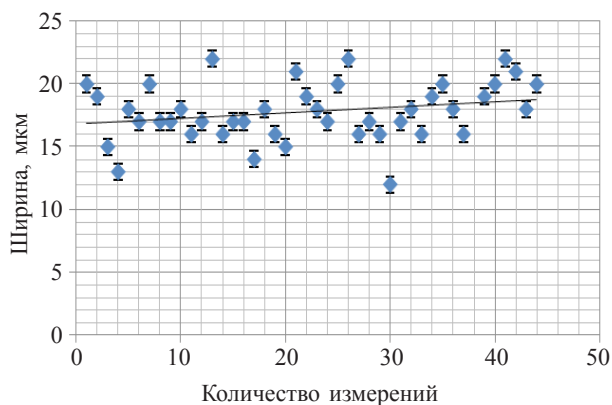


Рис. 3. Контрольный образец 14ф
Fig. 3. Check sample 14f

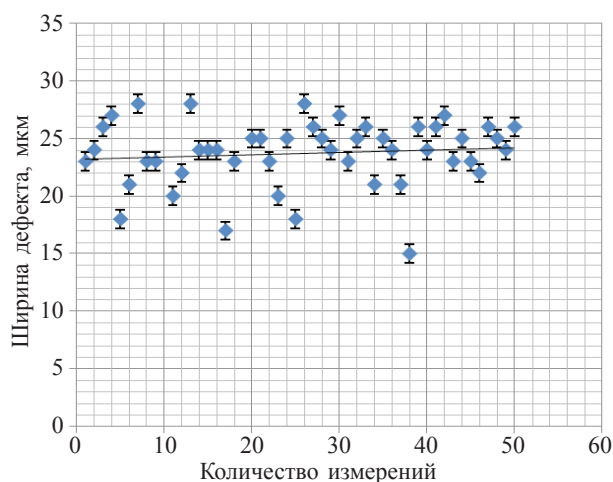


Рис. 4. Контрольный образец 15ф
Fig. 4. Check sample 15f

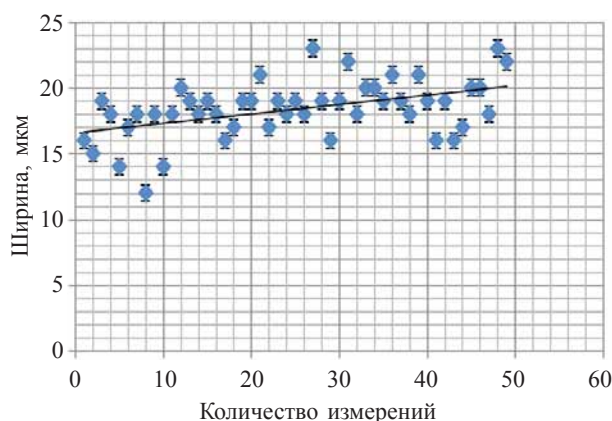


Рис. 5. Контрольный образец 16ф
Fig. 5. Check sample 16f

Способ изготовления неметаллических контрольных образцов, предложенный авторами, позволяет реализовать однотипные образцы со стабильными по длине параметрами трещины.

Приведены результаты исследования по определению возможности применения неметаллических контрольных образцов для определения работоспособности дефектоскопических материалов и оценки чувствительности капиллярного контроля. Способ изготовления контрольных образцов путем вытравливания позволяет реализовать на образце однотипные несплошности с практически прямыми трещинами, что подтверждают полученные коэффициенты

вариации значений ширины трещины не более 15 %, для измерений, связанных с определением работоспособности дефектоскопических материалов, и около 12 % – для оценки чувствительности капиллярного контроля.

Благодарности

Авторы выражают глубокую признательность рецензентам за детальное рассмотрение рукописи и ценные замечания.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Testing panel for inspection penetrants having of controlled depth and width: пат. U.S. Patent 3791198A; заявл. 27.11.1972; опублик. 12.02.1974, с. 5.
2. Test piece for inspection penetrant performance assessment and comparison U.S. Patent 6729175B2 заявл.14.02.2002; опублик. 04.05.2004, с. 5.
3. Surface penetrant inspection test piece having varying thickness plating: пат. US 4610157A; заявл. 11.12.1984; опублик.09.09.1986, с. 3.
4. Non-destructive liquid penetrant inspection process integrity verification test panel. U.S. Patent WO 2011097146A1 заявл. 31.01.2011; опублик. 11.08.2011, с. 4.
5. Test piece for inspection penetrant performance assessment and comparison: пат. U.S. Patent US 6311538B1; заявл. 23.11.1998; опублик. 06.11.2001, с. 5.
6. ISO 3452–1:2013 2013 Non-destructive testing penetrant testing. Part 1: General Principles // ISO [Электронный ресурс]. URL: www.iso.org/standard/56130.html.

REFERENCES

1. Alburger J. Testing panel for inspection penetrants having of controlled depth and width. Patent US, no. 3791198 A, 1974.
2. William J. Martin, Test piece for inspection penetrant performance assessment and comparison. Patent US, no. 6729175 B2, 1998.
3. Frank J. Vicki, Setsuo Shimizu, Surface penetrant inspection test piece having varying thickness plating. Patent US, no. 4610157A, 1984.
4. Dunnwald P. Non-destructive liquid penetrant inspection process integrity verification test panel. Patent US, no. WO 2011097146 A1, 2010.
5. William J. Martin Test piece for inspection penetrant performance assessment and comparison. Patent US. no. 6311538B1, 1998.
6. ISO 3452–1:2013 2013 Non-Destructive Testing Penetrant Testing. Part 1: General Principles. Available at: <https://www.iso.org/standard/56130.html>.

7. ISO 3452-3:2013 2013 Non-destructive testing penetrant testing. Part 3: Reference Test Blocks // ISO [Электронный ресурс]. URL: www.iso.org/standard/59659.html.

8. Технология изготовления и исследование образцов для испытаний средств капиллярного неразрушающего контроля / Н.П. Калиниченко [и др.] // Измерительная техника. 2014. № 5. С. 8–10.

9. Kalinichenko N.P., Kalinichenko A.N., Lobanova I.S., Zaitseva A.A. Universal reference test blocks for liquid penetrant testing // *Key Engineering Materials*. 2016. Vol. 685. Pp. 355–359.

10. The method of manufacturing nonmetallic test-blocks on different sensitivity classes / N.P. Kalinichenko [и др.] // *Journal of Physics: Conference Series*. 2016. Т. 671. № 1. Article number 012033.

11. Глазков Ю.А. Особенности аттестации контрольных образцов для капиллярной дефектоскопии // Дефектоскопия. 2004. № 9. С. 74–84.

12. ГОСТ Р 8.736–2011. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. М.: Стандартинформ, 2013. 22 с.

7. ISO 3452-3:2013 2013 Non-Destructive Testing Penetrant Testing. Part 3: Reference Test Blocks. Available at: <https://www.iso.org/standard/59659.html>.

8. Kalinichenko N.P., Kalinichenko A.N., Lobanova I.S., Popova A.Yu., Borisov S.S. Manufacturing technology and an investigation of samples for testing instruments for the capillary nondestructive testing of nonmetals. *Measurement Techniques*, 2014, vol. 57, no. 5, pp. 484–488, DOI 10.1007/s11018-014-0485-1.

9. Kalinichenko N.P., Kalinichenko A.N., Lobanova I.S., Zaitseva A.A. Universal reference test blocks for liquid penetrant testing. *Key Engineering Materials*. 2016, vol. 685, pp. 355–359.

10. Kalinichenko N.P., Kalinichenko A.N., Lobanova I.S., Zaitseva A.A., Loboda E.L. The method of manufacturing nonmetallic test-blocks on different sensitivity classes. *Journal of Physics: Conference Series*. 2016, vol. 671, no. 1. Article number 012033.

11. Glazkov Yu. A. Peculiarities of the Certification of Reference Specimens for Liquid-Penetrant Testing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, vol. 40, no. 9, pp. 629–636. DOI:10.1007/s11181-004-0010-8.

12. GOST 8.736–2011. Multiple direct measurements. Methods of measurement results processing. Main principles. Moscow, Standartinform Publ., 2015, 40 p. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Лобанова Ирина Сергеевна – старший преподаватель кафедры физических методов и приборов контроля качества Института неразрушающего контроля Томского политехнического университета (ФМПК ИНК, ФГАОУ ВО «НИ ТПУ») Российская Федерация, 634028, г. Томск, ул. Савиных, 7, оф. 302 e-mail: konarevai007@tpu.ru Resercher ID: B-3548-2017

Калиниченко Алексей Николаевич – канд. техн. наук, доцент кафедры физических методов и приборов контроля качества Института неразрушающего контроля Томского политехнического университета (ФМПК ИНК, ФГАОУ ВО «НИ ТПУ») Российская Федерация, 634028, г. Томск, ул. Савиных, 7, оф. 302 e-mail: lex-k@tpu.ru Researcher ID: C-8072-2017

Калиниченко Николай Петрович – канд. техн. наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией капиллярного, визуального и измерительного контроля ООО «АРЦ НК» Российская Федерация, 634009, г. Томск, ул. Большая Подгорная, 52, 3-й этаж e-mail: nikol112@mail.ru

Камышева Екатерина Николаевна – студентка кафедры Физических методов и приборов контроля качества Института неразрушающего контроля Томского политехнического университета (ФМПК ИНК, ФГАОУ ВО «НИ ТПУ») Российская Федерация, 634028, г. Томск, ул. Савиных, 7, оф. 302 e-mail: konarevai007@tpu.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Irina S. Lobanova – teacher, Department of Physical methods of Nondestructive testing, Institute of Nondestructive testing, National research Tomsk polytechnic university. apt. 302, 7 Savinykh St., Tomsk, 634028, the Russian Federation e-mail: konarevai007@tpu.ru Resercher ID: B-3548-2017

Aleksey N. Kalinichenko – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Department of Physical Methods of Non-destructive Testing, Institute of Non-destructive Testing, National Research Tomsk Polytechnic University. apt 302, 7 Savinykh St., Tomsk, 634028, the Russian Federation e-mail: lex-k@tpu.ru Researcher ID: C-8072-2017

Nikolay P. Kalinichenko – Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Head of the Laboratory of Penetrant and Visual Testing, “ARC NK”. 3rd floor, 52 Bolshaia Podgoraia St., Tomsk, 634009, the Russian Federation e-mail: nikol112@mail.ru

Ekaterina N. Kamysheva, Student, Department of Physical Methods of Non-destructive Testing, Institute of Non-destructive Testing, National Research Tomsk Polytechnic University, apt 302, 7 Savinykh St., Tomsk, 634028, the Russian Federation e-mail: konarevai007@tpu.ru

■ СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ / MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-1-43-55

УДК 006.86/628.544

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОСОРБЕНТОВ

© Долбня И.В.^а, Татаринцева Е.А.^а, Козьмич К.В.^а, Комиссаренко М.В.^а, Захаревич А.М.^б

^а Энгельсский технологический институт (филиал) Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. (ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А.), г. Энгельс, Российская Федерация
e-mail: inna0308@yandex.ru; ORCID ID: 0000-0003-0065-0196

^б Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского (СГУ имени Н.Г. Чернышевского), г. Саратов, Российская Федерация
e-mail: lab-15@mail.ru; ORCID ID: 0000-0002-3813-5870

Поступила в редакцию 17 апреля 2017 г., после доработки – 25 мая 2017 г.

Принята к публикации 26 мая 2017 г.

Введение. В настоящей статье представлены исследования в области получения новых сорбционных материалов, обладающих магнитными свойствами, для очистки воды от тяжелых металлов (ТМ), нефти и нефтепродуктов (НП). Композиционный сорбционный материал (КСМ) изготавливали с использованием ферритизированного гальваношлама (ФГШ) в качестве магнитного компонента и парафина как связующего вещества.

Материалы и методы. В работе были выбраны следующие объекты исследования: промышленный отход – гальванический шлам (ГШ), ФГШ и ферритизированный гальваношлам после термической обработки (ФГШ_{терм.}), парафин. При выполнении работы использовались следующие современные методы исследования: фотометрия, ИК-спектрофотометрия, сканирующая электронная микроскопия. Получение точных и достоверных результатов эксперимента обеспечивалось за счет применения стандартных методик, установленных в природоохранных нормативных документах федерального уровня (ПНД Ф), поверенных средств измерений и стандартных образцов (СО).

Результаты исследования. Установлено, что ФГШ_{терм.} обладает сорбционными свойствами по отношению к ионам Fe^{2+} , Fe^{3+} и Cu^{2+} . Материал КСМ отличается способностью к сорбции нефти и НП.

Обсуждение и заключение. В результате исследования получены и изучены сорбционные материалы на основе промышленных отходов – ГШ. Наличие магнитных свойств разрабатываемых сорбентов предполагает магнитоуправляемое проведение процесса сорбции с возможностью извлечения насыщенного сорбента из очищаемой среды магнитной сепарацией.

Ключевые слова: методики анализа, измерительные приборы, погрешность измерения, предел повторяемости, гальванический шлам, ферритизация, сорбция, магнитный сорбционный материал, тяжелые металлы, нефтепродукты

Ссылка при цитировании:

Современные методы анализа и средства измерения сорбционных свойств магнитосорбентов / И.В. Долбня [и др.] // Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 1. С. 43–55. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-43-55.

For citation:

Dolbnya I.V., Tatarintseva E.A., Kozmich C.V., Komissarenko M.V., Zakharevich A.M. Modern methods of analysis and measuring devices of sorption properties of magnetic sorbents. *Standardnye obrazcy = Reference materials*, 2017, vol. 13, no. 1, pp. 43–55. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-1-43-55. (In Russ.)

MODERN METHODS OF ANALYSIS AND INSTRUMENTS MEASURING SORPTION PROPERTIES OF MAGNETIC SORBENTS

Inna V. Dolbnya^a, Elena A. Tatarintseva^a, Christina V. Kozmich^a, Maria V. Komissarenko^a,
Andrey M. Zakharevich^b

^a Engels Technological Institute (Branch) of Yuri Gagarin State Technical University of Saratov, Engels, the Russian Federation
e-mail: inna0308@yandex.ru; ORCID ID: 0000-0003-0065-0196

^b Saratov State University named after N.G. Chernyshevsky, Saratov, the Russian Federation
e-mail: lab-15@mail.ru; ORCID ID: 0000-0002-3813-5870

Received – April 17, 2017; Revised – May 25, 2017

Accepted for publication – May 26, 2017

Introduction. Research in a field of new sorption materials obtaining have been presented in this article. These sorbents have magnetic properties and they can be used for water purification from ions of heavy metals (HM), petroleum and petroleum products (PP). Compositional sorption material (CSM) has been made with the use of ferritized galvanic sludge (FGS) as a magnetic component and paraffin as a binder substance.

Materials and methods. The following objects of the research were chosen in this work: industrial waste – galvanic sludge (GS), FGS, paraffin. Modern methods of the research have been used at work implementation: photometry, IR-spectrophotometry, scanning electron microscopy. Obtaining accurate and reliable results of the experiment were provided by the use of standard methods, established in federal environmental regulatory document (PND F), verifiable measuring instruments and standard samples.

Results. FGS after a thermal processing has sorption properties in relation to ions of heavy metals Fe^{2+} , Fe^{3+} and Cu^{2+} . The material CSM can adsorb petroleum and PP.

Discussion and conclusions. The sorption materials on the basis of industrial waste – GS were obtained and studied. These sorbents have magnetic properties which will be useful at water treatment; a saturated material can be extracted from a purified environment by magnetic separation.

Keywords: methods of analysis, measuring devices, error of measurement, repeatability limit, electroplating sludge, ferritisation, sorption, magnetic sorption material, heavy metals, petroleum products

Принятые сокращения:

ТМ – тяжелые металлы
НП – нефтепродукты
КХА – количественный химический анализ
ГШ – гальванический шлам
ФГШ – ферритизированный гальваношлам
ФГШ_{терм.} – ферритизированный гальваношлам, полученный после термической обработки
МИ – методика измерений
КСМ – композиционный сорбционный материал
ГСО – государственный стандартный образец
ПДК – предельно допустимая концентрация
ПНД Ф – природоохранный нормативный документ федерального уровня

Abbreviations:

HM – heavy metals
PP – petroleum products
QCA – quantitative chemical analysis
GS – galvanic sludge
FGS – ferritized galvanic sludge
MM – method of measurements
CSM – compositional sorption material
SSS – state standard sample
MAC – maximum allowable concentration
PND F – federal environmental regulatory document

Введение

Важным начальным этапом любого эксперимента является планирование, которое включает в себя выбор определенной методики проведения анализа и применение соответствующего технического средства. Достижение правильных и единых результатов возможно при реализации всех предписанных в стандарте требований, которые главным образом включают характеристики погрешности измерений и ее составляющих (показатель точности, повторяемости, воспроизводимости).

В связи с постоянной техногенной нагрузкой на гидросферу и окружающую среду в целом необходимо создание новых и улучшение существующих способов очистки воды с целью восстановления первоначальных свойств водных ресурсов и возвращения их в сферу потребления. Образование различных промышленных отходов, которые зачастую представляют собой токсичные вещества, также является острой экологической проблемой, решение которой предполагает утилизацию или переработку данных компонентов. Сорбционная очистка водных сред представляет собой один из эффективных методов приведения воды к надлежащему качеству, который позволяет извлекать загрязнители, а затем использовать их в производственном цикле [1]. Благодаря этому возможно создание замкнутых водооборотных систем на предприятиях. В работах авторов [2; 3] видно, что в настоящее время все больше внимания уделяется отходам производства, что предполагает создание материалов с различными уникальными свойствами, которые можно использовать в процессах водоочистки, а также решать экологическую проблему, связанную с их утилизацией. В процессах водоочистки широко применяют активированный уголь [4], синтетические адсорбенты (например, на основе оксида алюминия и других металлов) [5], полимерные пористые материалы [6]. Но наряду со всеми достоинствами, которые присущи данным сорбентам, они не обладают магнитными свойствами, определяющими способность материалов по завершении процесса сорбции извлекаться из воды посредством магнитной сепарации. В связи с этим исследования, направленные на разработку и получение магнитных сорбентов, являются перспективными.

В качестве магнитной составляющей в основном используются оксиды железа Fe_3O_4 (магнетит) и $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (маггемит), которые отличаются высокой сорбционной емкостью и эффективностью очистки, а также обладают низкой стоимостью. Известны исследования, направленные на получение наносорбентов с помощью ионов и оксидов железа [7–10]. Также с целью придания магнитных свойств изготавливаемому материалу могут

применяться, например, железосодержащие отходы металлургического производства [11]. Магнитные сорбенты для сбора разливов нефти и нефтепродуктов с поверхности воды должны обладать гидрофобными свойствами, быть способными длительное время находиться на плаву, отличаться высокой эффективностью очистки. С этой целью используются различные связующие и гидрофобизирующие вещества, такие как кремнийорганическая жидкость, гуминовые кислоты [12], амины, промышленный синтетический бутадиеновый каучук SBR [13].

Как было установлено в исследовательских работах [2; 14–19], при проведении процесса ферритизации может быть получен ферритизированный гальваношлам (ФГШ), который можно успешно использовать в разных областях промышленности, а также в качестве сорбента при очистке сточных вод гальванического производства. Это объясняется его структурой шпинельного типа, что делает похожим этот материал на минералы природного происхождения. Для ФГШ характерно обладание магнитными свойствами, а также наличие в структуре ионов ТМ и активных центров на поверхности. В этом случае на выходе технологического процесса очистки образуется вода, пригодная для повторного использования на предприятии или сброса в канализацию. Наличие хорошо выраженных магнитных свойств позволяет расширить область применения ФГШ, в частности использования в качестве составного компонента при получении композиционного сорбционного материала. Магнитная сепарация, позволяющая извлекать насыщенный сорбент посредством использования электромагнита и с помощью внешнего магнитного поля воздействовать на процесс сорбции, в настоящее время приобретает все большую актуальность.

Таким образом, целью исследовательской работы является получение и исследование сорбционных свойств ферритизированного гальванического шлама и композиционного сорбционного материала (КСМ) по отношению к ТМ, нефти и нефтепродуктам.

Обзор литературы

Благодаря развитию науки и техники и постоянному совершенствованию и уточнению методик анализа в настоящее время возможно проведение эксперимента с получением точных и достоверных результатов. Это достигается в первую очередь посредством соблюдения всех предписанных стандартом правил и норм. Метод или методика измерений представляет собой совокупность конкретных описанных операций, при выполнении которых обеспечивается получение результатов измерений с установленными показателями точности

[20; 21]. Большинство методик предполагает использование соответствующего оборудования, которое должно быть поверенным, то есть пригодным к использованию. Это устанавливается организациями, аккредитованными в соответствии с законодательством РФ об аккредитации на проведение поверки средств измерений, на основании экспериментально устанавливаемых метрологических характеристик. Так подтверждается соответствие средств измерений существующим обязательным требованиям и обеспечивается единство измерений. Поверка оборудования является рекомендуемой процедурой для достижения максимальной достоверности результатов исследования [21].

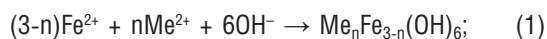
Получение точных результатов достигается также за счет применения стандартных образцов (СО). СО – это образец вещества или материала с установленными значениями одной или более величин в соответствии с результатами испытаний, которые характеризуют состав или свойство данного вещества или материала [21]. С помощью стандартных образцов проводится калибровка, градуировка средств измерений, а также оценка пригодности (валидация) методик измерений, их аттестация, контроль точности измерений, периодическая аттестация испытательного оборудования. Кроме того, они могут быть применены в качестве образцов для контроля при проведении внутрилабораторного контроля результатов испытаний продукции и др. [22; 23].

Таким образом, получение точных результатов анализа в пределах погрешности соответствующей методики измерений обеспечивается строгим соблюдением прописанных в ней операций, применением поверенных средств измерений и СО, что является необходимым в любой области деятельности, сопряженной с анализом получаемых достоверных данных, в том числе и в научном эксперименте.

Тяжелые металлы относятся к группе опасных токсичных веществ [24]. После реагентной очистки сточных вод гальванических производств образуются пастообразные осадки с влажностью (98,0–99,5) %, которые представляют собой гидроксиды ТМ и носят название гальванических шламов. Большинство из них относятся к III классу опасности [25]. Вследствие содержания в составе шлама различных ТМ создается угроза загрязнения окружающей среды, так как ТМ способны мигрировать по причине неустойчивости и растворения гидроксидов. В связи с этим требуется специальная утилизация шламов, в частности путем проведения процесса ферритизации.

Ферритизация представляет собой сложный химический процесс, который может быть проведен гидротермальным способом или термической обработкой

исходного шлама при высоких температурах. В том и ином случае происходит стабилизация исходного ГШ, то есть его обезвреживание, посредством перевода гидроксидов ТМ в оксиды, а затем в ферриты [14–17; 18; 19]. Гидротермальный метод обезвреживания ГШ протекает в две стадии, которые можно представить в виде следующих химических реакций:



На первом этапе, который описывается уравнением (1), в результате взаимодействия суспензии шлама с ионами Fe^{2+} в щелочной среде происходит образование смешанных гидроксидов ТМ. Согласно уравнению (2) окисление реакционной среды кислородом воздуха приводит к переходу данных соединений в ферриты [2; 15].

Другой способ ферритизации ГШ заключается в спекании железосодержащего шлама при высоких температурах. Эти условия способствуют протеканию химических реакций с образованием магнетита, хромитов и ферритов.

Такая обработка приводит к снижению подвижности ТМ и возможной их эмиссии в окружающую среду, что достигается переходом гидроксидов ТМ в оксиды, при дальнейшем взаимодействии между которыми образуется единая кристаллическая решетка ферритов типа шпинели [15; 19].

Если в составе исходного шлама содержатся различные металлы, такие как никель, цинк, хром, железо, то при воздействии высоких температур на предварительно механически активированную шихту возможно получение магнетита с примесью ферритов ТМ. Важно отметить, что получаемое соединение является магнитно-мягким материалом. Такие материалы отличаются малой величиной коэрцитивной силы, но в то же время способны хорошо взаимодействовать с постоянным магнитом, что является весьма перспективным при выборе их в качестве составного компонента при создании магнитного сорбента.

Материалы и методы

В работе были выбраны следующие объекты исследования:

- гальванический шлам (ГШ) – промышленный отход III класса опасности гальванического цеха предприятия ОАО «РОБЕРТ БОШ САРАТОВ»;
- гептагидрат сульфата железа (II) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 10–12 %-ный раствор;
- гидроксид натрия NaOH , 20–25 %-ный раствор;
- ферритизированный гальваношлам (ФГШ и ФГШ_{терм.});
- парафин.

Исследования сорбционных свойств разрабатываемого магнитного сорбента были проведены с использованием методик ПНД Ф (природоохранных нормативных документов федерального уровня) для проведения количественного химического анализа (КХА) вод на содержание в них ТМ и НП: ПНД Ф 14.1:2.46; ПНД Ф 14.1:2.4.50; ПНД Ф 14.1:2.195 (ФР.1.31.2007.03804); ПНД Ф 14.1:2.4.48; ПНД Ф 14.1:2.4.52; ПНД Ф 14.1:2.61; ПНД Ф 14.1.272 [26–32]. Обработка полученных экспериментальных данных соответствует основным требованиям нормативных документов.

Все анализы по определению концентраций ТМ выполнены на спектрофотометре ПромЭкоЛаб ПЭ-5300В (Shanghai Mapada Instruments Co., Ltd, Китай), в основе работы которого лежит фотометрический метод определения различных компонентов в жидких средах.

Фотометрия и спектрофотометрия заключаются во взаимодействии излучения с однородными системами, и они обычно объединяются в одну группу фотометрических методов анализа [33]. Спектрофотометр ПромЭкоЛаб ПЭ-5300В предназначен для измерения коэффициента пропускания, оптической плотности и концентрации жидких проб различного назначения [34].

Концентрация растворов была определена методом градуировочного (калибровочного) графика, построение которого проводилось в соответствии со стандартной методикой определения того или иного вещества в водной среде [26–31]. Построение, а затем дальнейшая периодическая калибровка графика и проведение контроля показателей точности измерений по применяемым МИ осуществлялись с использованием государственных стандартных образцов (ГСО) веществ состава ионов ТМ с известной точной концентрацией (ГСО 7785–2000¹; ГСО 8034–94²; ГСО 7256–96³; ГСО 8000–93⁴; ГСО 7257–96⁵; ГСО 7266–96⁶).

¹ ГСО 7785–2000 Стандартный образец состава раствора ионов никеля // Росстандарт [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%207785-2000.

² ГСО 8034–94 Стандартный образец состава водных растворов ионов железа (III) (комплект № 5К) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%208032-94/8034-94.

³ ГСО 7256–96 Стандартный образец состава раствора ионов цинка // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%207256-96.

⁴ ГСО 8000–93 Стандартный образец состава водных растворов ионов меди (комплект № 3К) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%207998-93/8000-93.

⁵ ГСО 7257–96 Стандартный образец состава раствора ионов хрома (VI) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%207257-96.

⁶ ГСО 7266–96 Стандартный образец состава раствора ионов марганца (II) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%207266-96.

Модельные сточные воды, содержащие ионы тяжелых металлов, готовились из основных растворов с концентрацией 1 г/дм³ по ГОСТ 4212 [35] на дистиллированной воде по ГОСТ 6709 [36].

Измерение концентрации нефтепродуктов проведено методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометра серии КН-3 (ООО «Сибэкоприбор», г. Новосибирск). Данный метод основан на зависимости интенсивности поглощения С–Н связей в инфракрасной области спектра (2930 ± 70) см⁻¹ от массовой концентрации НП в элюате. Процедура анализа заключается в извлечении эмульгированных и растворенных нефтяных компонентов из воды экстракцией четыреххлористым углеродом, хроматографическом отделении НП от сопутствующих органических соединений других классов на колонке, заполненной оксидом алюминия [32; 37]. Обработку полученных результатов выполняли в соответствии с ПНД Ф 14.1.272 [32]. Диапазон определения НП в сточных водах составляет от 0,05 до 1000 мг/дм³. Контроль точности результатов измерений проводили путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры с нормативом контроля точности по алгоритму, прописанному в методике, с использованием СО состава раствора НП, ГСО 7248–96⁷.

Все используемые нормативные документы входят в реестр методик количественного химического анализа и оценки состояния объектов окружающей среды, допущенных для государственного экологического контроля и мониторинга. Данный реестр ведется ФГБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФЦАО) Росприроднадзора в целях осуществления единой научно-технической политики в области экологического контроля на территории Российской Федерации [38].

Структуру полученного ФГШ и разработанного композиционного материала изучали с использованием автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа MIRA 2 LMU фирмы Tescan (Чехия). Данный микроскоп оснащен системой энергодисперсионного микроанализа INCA Energy 350 и имеет разрешающую способность до 1 нм. Детектор INCA Energy обладает чувствительностью 133 эВ/10 мм². Исследования проводились в режиме высокого вакуума. Изображения морфологии поверхности образцов получены во вторичных (SE) и отраженных (BSE) электронах.

⁷ ГСО 7248–96 Стандартный образец состава раствора нефтепродуктов (углеводородов) в четыреххлористом углероде // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%207248-96.

Все полученные в эксперименте данные подвергались статистической обработке с использованием программы Microsoft Excel 2010. Каждый эксперимент был выполнен 3 раза с двумя параллельными определениями (X_1 , X_2). При выполнении условия (3) в качестве окончательного результата определения концентрации принималось среднее арифметическое значение ($X_{\text{ср}}$):

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot r \cdot X_{\text{ср}}, \quad (3)$$

где r – предел повторяемости, значения которого приводятся в таблице раздела «Обработка результатов измерений» каждой использованной методики для соответствующего диапазона определения того или иного вещества.

Результаты исследования

В исходном шламе определяли количество ТМ посредством проведения анализа элементного состава. Результаты исследования показали, что в наибольшем процентном соотношении содержатся ионы $\text{Ni}^{2+} \approx 65\%$ и $\text{Fe}^{2+} \approx 30\%$, также в шламе присутствуют в незначительном количестве Cr, Mn, Cu, Zn, Si, P, S, Cl.

На процесс ферритизации оказывают существенное влияние следующие параметры, которые были установлены на основании литературных данных [2], а затем эмпирически: $\text{pH} = 9-11$; $t = 70-80^\circ\text{C}$; $k = m(\text{Fe}^{2+})/m(\text{ГШ}) = 0,3$ – критерий ферритизации (доза ионов Fe^{2+} , которая необходима для обезвреживания определенной массы твердой фазы гальваношлама);

$\tau_{\text{процесса}} = 40-120$ мин; турбулентный режим перемешивания реакционной смеси.

Термическая ферритизация ГШ состояла из следующих стадий:

- сушка исходного шлама при 105°C ;
- измельчение (активация) высушенного материала;
- прокаливание шлама при $t = 1000^\circ\text{C}$ и $\tau = 1,5$ ч.

Ферритизированный гальваношлам, полученный в результате двух типов обработки: гидротермальной (ФГШ) и термической (ФГШ_{терм.}) представляет собой мелкодисперсный порошок темного цвета с хорошо выраженными магнитными свойствами.

По завершении процесса ферритизации были исследованы фильтрат и промывные воды в случае гидротермального процесса и промывные воды после термической обработки. Данный анализ представляет собой индикатор полноты протекания стабилизации ГШ и перехода гидроксидов ТМ в оксиды, а затем в ферриты. В табл. 1 и табл. 2 представлены результаты исследования, которые были получены фотометрическим методом определения компонентов в водных средах.

В результате двух видов обработки содержание металлов в промывных водах находится ниже ПДК, установленных для вод хозяйственно-питьевого назначения.

При гидротермальном методе обезвреживания шлама возможны возвращение фильтрата на стадию реагентной очистки вод или повторная ферритизация с его использованием в качестве водной среды, что позволит сократить оставшиеся количества металлов путем перевода их в ферриты, а также уменьшить или

Таблица 1. Исследование фильтрата и промывных вод после гидротермального процесса ферритизации

Table 1. Research of filtrate and washing waters after the hydrothermal process of ferritisation

Металл	Массовая концентрация металла в фильтрате, мг/дм ³	Массовая концентрация металла в промывных водах, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) по МИ, $\pm\delta$, %	ПДК ³ , мг/дм ³
Ni	$0,40 \pm 0,10$	$0,03 \pm 0,01$	28^1 ; 36^2	0,1
Fe _{общ.}	$0,10 \pm 0,02$	$0,05 \pm 0,01$	24	0,3
Zn	$0,18 \pm 0,04$	$0,36 \pm 0,07$	20	5,0
Cu	$0,020 \pm 0,004$	$0,002 \pm 0,001$	20^1 ; 48^2	1,0
Cr _{общ.}	Менее 0,01	Менее 0,01	–	0,05
Mn	$0,03 \pm 0,01$	$0,010 \pm 0,004$	36	0,1

Примечания

1. Показатель точности для фильтрата.

2. Показатель точности для промывных вод.

3. Значения ПДК для вод хозяйственно-питьевого назначения (СанПиН 2.1.4.1074) [39].

Таблица 2. Исследование промывных вод после термической ферритизации
Table 2. Research of washing waters after the thermal process of ferritisation

Металл	Массовая концентрация металла в промывных водах, мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) по МИ, $\pm\delta$, %	ПДК ¹ , мг/дм ³
Ni	$0,08 \pm 0,02$	28	0,1
Fe _{общ.}	Менее 0,05	–	0,3
Zn	$0,22 \pm 0,04$	20	5,0
Cu	$0,003 \pm 0,001$	48	1,0
Cr _{общ.}	Менее 0,01	–	0,05
Mn	$0,010 \pm 0,004$	36	0,1

Примечание

1. Значения ПДК для вод хозяйственно-питьевого назначения (СанПиН 2.1.4.1074) [39].

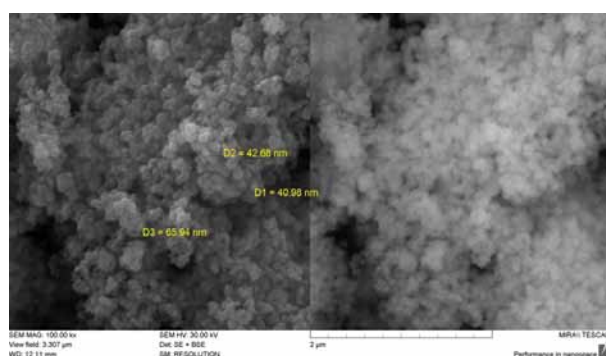


Рис. 1. Морфология поверхности ФГШ (SE + BSE) 100000x
Fig. 1. Surface morphology of the ferritized galvanic sludge (SE + BSE) 100000x

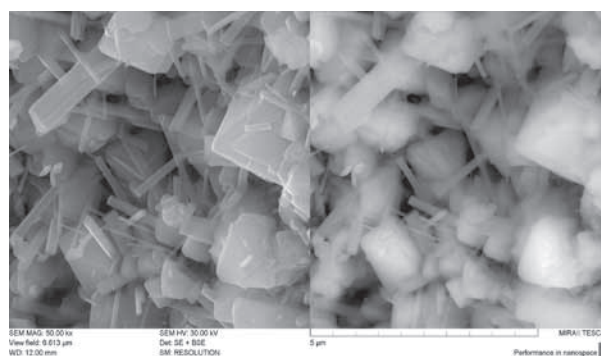


Рис. 2. Морфология поверхности ФГШ_{терм.} (SE + BSE) 50000x
Fig. 2. Surface morphology of the ferritized galvanic sludge after the thermal process of ferritisation (SE + BSE) 50000x

исключить объемы использования чистой воды для проведения процесса.

На рис. 1 и рис. 2 представлены микрофотографии поверхности ферритизированного гальваношлама после гидротермального метода (ФГШ) и термической обработки (ФГШ_{терм.}).

Показано, что ФГШ имеет мелкокристаллическую структуру. Размер зерен кристаллов составляет 41–66 нм. Структура материала, полученного после термической обработки при высокой температуре, представляет собой структуру типа шпинели, что делает этот ФГШ схожим по строению с природными минералами.

С целью изучения сорбционных свойств ФГШ, полученного термической обработкой исходного шлама, проведены исследования возможности сорбции ТМ с использованием в качестве адсорбтива Fe и Cu, широко применяемых в металлургии, машиностроении и гальваническом производстве.

Для изучения характера сорбции были построены изотермы сорбции (рис. 3). Установлено, что они относятся

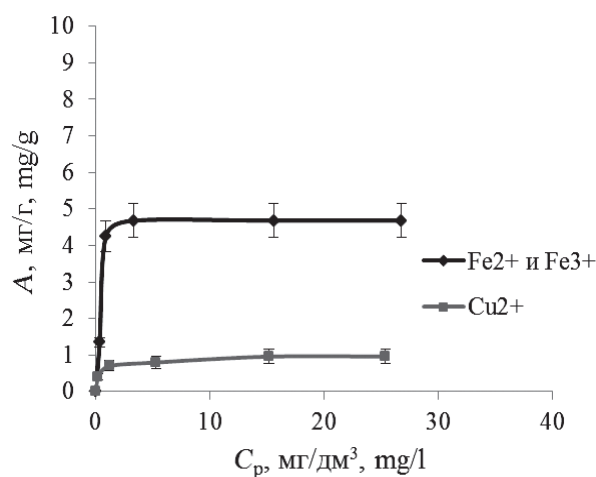


Рис. 3. Изотермы сорбции Fe²⁺ и Fe³⁺, Cu²⁺ на ФГШ_{терм.}
(A – сорбционная емкость, мг/г; C_p – равновесная концентрация, мг/дм³)

Fig. 3. Sorption isotherms of Fe²⁺ and Fe³⁺, Cu²⁺ on the ferritized galvanic sludge after the thermal process of ferritisation
(A – sorption capacity, mg/g; C_e – equilibrium concentration, mg/l)

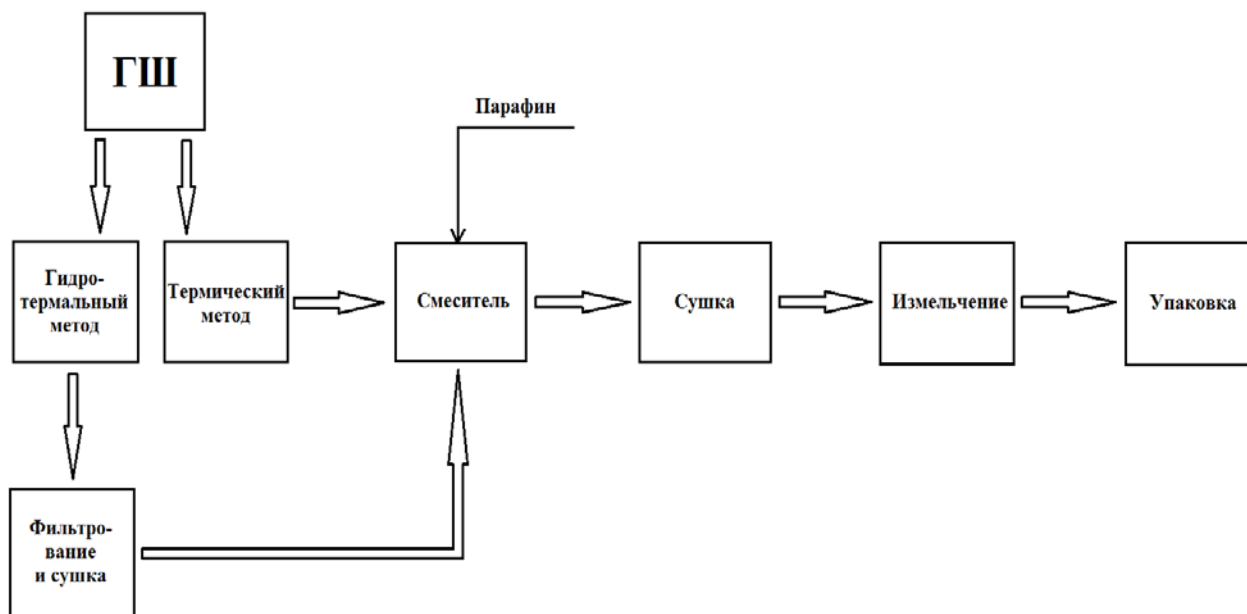


Рис. 4. Блок-схема получения КСМ

Fig. 4. Flowchart of an obtaining of the compositional sorption material (CSM)

к типу изотермы Ленгмюра, что соответствует мономолекулярному процессу сорбции, то есть на поверхности $\text{ФГШ}_{\text{терм}}$ присутствуют активные центры, на которых адсорбируются положительно заряженные ионы Fe^{2+} и Fe^{3+} , Cu^{2+} . Согласно общепринятой теории сорбции БЭТ, данные изотермы относятся к I типу, что также соответствует типу изотермы Ленгмюра, которая в рамках этой теории рассматривается как частный случай.

Относительная погрешность определения массовой концентрации для Fe^{2+} и Fe^{3+} составляет 10 %, а для Cu^{2+} – 20 % в соответствии с МИ (рис. 3).

Нефлесорбенты должны удовлетворять основным требованиям, к которым относятся гидрофобность, плавучесть, нефтеемкость, простота использования, нанесения на поверхность воды или водную систему, а также извлечения из нее, которое не сопровождается дополнительными энергетическими и капитальными затратами [40].

Технология получения композиционного сорбционного материала (КСМ), обладающего магнитными свойствами, заключается в смешении ФГШ со связующим, в качестве которого использовали парафин, в смесителе при нагревании. Затем полученная масса отправляется на стадию сушки и измельчение (рис. 4). Разрабатываемые сорбенты могут быть выполнены в виде хлопьев или гранул с размером 1–3 мм.

Парафин представляет собой воскоподобную смесь предельных углеводородов (алканов) преимущественно

нормального строения со следующим составом от $\text{C}_{18}\text{H}_{38}$ до $\text{C}_{35}\text{H}_{72}$. Температура плавления в диапазоне 45–65 °С, плотность составляет 0,880–0,915 г/см³ (при 15 °С). Парафины обладают инертностью к большинству химических реагентов и нерастворимы в воде [41]. Благодаря свойствам парафина полученный материал приобретает гидрофобность и олеофильность и тем самым лучшее адгезионное взаимодействие с нефтью и нефтепродуктами.

При исследовании морфологии образца КСМ было отмечено, что материал имеет неровности, выпуклости и впадины, щели, которые образуются в процессе получения и в дальнейшем определяют его способность к сорбции. На снимке, полученном в режиме отражен-

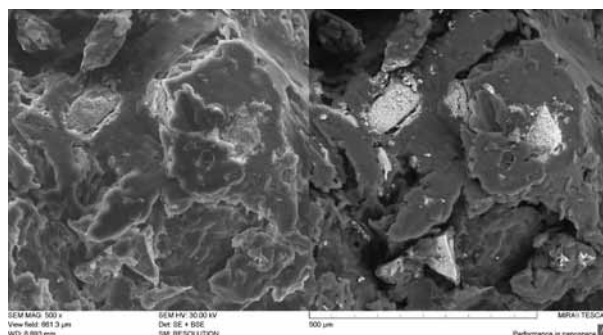


Рис. 5. Морфология поверхности КСМ (SE + BSE) 500x
Fig. 5. Surface morphology of a compositional sorption material (CSM) (SE + BSE) 500x

Таблица 3. Результаты исследования

Table 3. Results of the research

Вещество	Начальная концентрация загрязнителя ¹ , C_n , мг/дм ³	Конечная концентрация загрязнителя ² , C_k , мг/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) по МИ, $\pm\delta$, %	Эффективность очистки, β , %
Индустриальное масло И-20 А	112,5 \pm 11,3	1,1 \pm 0,3	10 ¹ ; 25 ²	99,0
Нефть	73,8 \pm 8,9	8,1 \pm 2,0	12 ¹ ; 25 ²	89,0
Керосин	107,4 \pm 10,7	10,7 \pm 2,7	10 ¹ ; 25 ²	90,0

Примечания

1. Показатель точности для начальной концентрации (C_n).2. Показатель точности для конечной концентрации (C_k).

ных электронов, показан состав материала, светлые участки представляют собой вкрапления магнитной составляющей (рис. 5).

Сорбционные свойства КСМ по отношению к органическим загрязнителям нефти и НП изучали в статических условиях. В качестве загрязнителей были выбраны: индустриальное масло И-20А, нефть Илишевского месторождения, керосин. Основные параметры сорбции: $\nu = 200$ об/мин, $m_c = 1$ г, $\tau_{\text{сорбции}} = 1$ ч, $t = 20$ °С. Эффективность очистки КСМ по НП представлена в табл. 3.

Обсуждение и заключения

Применение в процессе водоочистки сорбентов, обладающих магнитными свойствами, имеет ряд преимуществ, главное из которых заключается в возможности магнитоуправляемого извлечения загрязнителей из водных сред. Технология использования подобных материалов отличается простотой и является выгодной с энергетической и экономической точек зрения, так как в основе производства лежит применение промышленных отходов в качестве исходных ресурсов, извлечение насыщенного сорбента не сопряжено с дополнительными затратами [3].

Исследованы процессы ферритизации гальванического шлама и получен ферритизированный гальванослам, обладающий магнитными свойствами. Разработан новый композиционный сорбционный материал на основе ФГШ и парафина. Изучены сорбционные свойства ФГШ по отношению к ТМ и КСМ по отношению к нефти и нефтепродуктам. Все эксперименты проведены с использованием стандартных методик измерений и поверенного оборудования, полученные результаты представлены совместно с приписанными погрешностями измерений.

Благодарности

Аспирант И.В. Долбня и студенты К.В. Козьмич, М.В. Комиссаренко выражают глубокую благодарность

и признательность Е.А. Татаринцевой – канд. техн. наук, доценту кафедры «Экология и дизайн» Энгельсского технологического института (филиала) Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А., талантливому научному руководителю, идейному вдохновителю – за постоянную помощь и поддержку при решении любых вопросов.

Авторы выражают большую благодарность Е.А. Бухаровой – канд. техн. наук, заведующей лабораторией «Промышленная экология», Энгельсского технологического института (филиала) Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. – за ее помощь и ценные советы при проведении исследований и подготовке настоящей статьи.

Acknowledgements

Dolbnya Inna V. is a post-graduate student, Kozmich Christina V. and Komissarenko Maria V. are students express deep great gratitude and appreciation to Tatarintseva Elena A. – Ph.D., Associate Professor of the department «Ecology and design» of Engels Technological Institute (Branch) of Yuri Gagarin State Technical University of Saratov, who is talented scientific supervisor, ideological inspirer for her constant help and support in solve of any questions.

Authors express great gratitude to Bukharova E.A. – Ph.D., chief of the Analytical laboratory «Industrial Ecology» of Engels Technological Institute (branch) of Yuri Gagarin State Technical University of Saratov for her help and valuable advices at the conducting of research and the preparation of the present article.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Смирнов А.Д. Сорбционная очистка воды. Л.: Химия, 1982. 168 с.
2. Бузаева М.В. Обезвреживание производственных сточных вод очисткой от нефтепродуктов и тяжелых металлов с использованием природных сорбентов и комплексонов: дис. ... д-ра хим. наук. Ульяновск, 2011. 292 с.
3. Композиционные сорбенты на основе оксидов железа для извлечения углеводов из водных сред / Ю.К. Рубанов [и др.] // Фундаментальные исследования. 2014. № 11–18. С. 1692–1697.
4. Кудайбергенов К.К. Разработка и изучение карбонизованных сорбентов для очистки воды от нефтяных загрязнений: дис. ... канд. фил. наук. Алматы, 2012. 101 с.
5. Технический справочник по обработке воды / М.И. Алексеев [и др.]. В 2 т. Т.1. Пер. с фр. СПб.: Новый журнал, 2007. 650 с.
6. Лукиных Н.А., Липман Б.Л., Криштул В.П. Методы доочистки сточных вод. М.: Стройиздат, 1978. 160 с.
7. Коурова Н.В., Кузьмин А.Г., Лукашев Р.В. Очистка сточных вод от ионов тяжелых металлов магнитными сорбентами [Электронный ресурс] // Современные научные исследования и инновации: Электронный науч.-практич. журн. 2015. № 1. URL: <http://web.snauka.ru/issues/2015/01/42128> (дата обращения: 26.09.2016).
8. Магнитные сорбенты на основе наночастиц оксидов железа для выделения и концентрирования органических соединений / В.В. Толмачева [и др.] // Журнал аналитической химии. 2016. Т. 71. № 4. С. 339–356. DOI: 10.7868/S0044450216040071.
9. Magnetic nanocomposites for environmental remediation / Jiahua Zhu et al. // *Advanced Powder Technology*. 2013. Vol. 24. Pp. 459–467.
10. Aysha Ali Ahribesh Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite: Doctoral Dissertation. Belgrade, 2016. 178 p.
11. Способ получения сорбента с магнитными свойствами для сбора нефтепродуктов с водной поверхности: пат. 2518586 РФ; заявл. 10.10.2012; опубл. 10.06.2014, Бюл. № 16. URL: www1.fips.ru.
12. Магнитный композиционный сорбент: пат. 2547496 РФ; заявл. 10.07.2012; опубл. 10.04.2015, Бюл. № 10. URL: www1.fips.ru.
13. Porous magnetic sorbent: patent US2013284968 A1 The United States; PCT Filed: 21.06.2011; Pub. Date: 31.10.2013 // espacenet.com.
14. Treatment of complex heavy metal wastewater using a multi-staged ferrite process / Y.-J. Tu et al. // *Journal of Hazardous Materials*. 2012. Vol. 209–210. Pp. 379–384.
15. Pritosiwi Gumelar Removal of metal ions from synthetic and galvanic wastewater by their incorporation into ferrites: Doktor-Ingenieurin genehmigte Dissertation. Jakarta, 2012. 194 p.

REFERENCES

1. Smirnov A.D. *Sorption purification of water*. Leningrad, Himia Publ., 1982, 168 p. (In Russ.)
2. Buzaeva M.V. *Neutralization of production wastewater by purification from petroleum products and heavy metals with the use of natural sorbents and complexones*. Dr. Chem. sci. diss. Ul'janovsk, 2011, 292 p. (In Russ.)
3. Rubanov Ju.K., Tokach Ju.E., Ivanov A.S., Arkatova I.I. Composite sorbents based on iron oxides to extract hydrocarbons from aqueous media. *Fundamental'nye issledovaniia = Fundamental research*, 2014, no. 11–8, pp. 1692–1697. (In Russ.)
4. Kudajbergenov K.K. *Development and study of carbonized sorbents for water purification from petroleum pollution*. Phd. Phil. sci. diss. Almaty, 2012, 101 p. (In Russ.)
5. Andriamirado L., Alekseev M.I. *Technical directory for water treatment*. St. Petersburg, Novyj zhurnal Publ., 2007, 650 p. (In Russ.)
6. Lukinyh N.A., Lipman B.L., Krishtul V.P. *Methods of wastewater post-treatment*. Moscow, Strojizdat Publ., 1978, 160 p. (In Russ.)
7. Kourova N.V., Kuzmin A.G., Lukashev R.V. Wastewater treatment of heavy metal ions by magnetic sorbents. *Electronic scientific and practical journal "Modern scientific researches and innovations"*, 2015, no 1 [online]. Available at: URL: <http://web.snauka.ru/issues/2015/01/42128> [accessed 26 September 2016]. (In Russ.)
8. Tolmacheva V.V., Apjari V.V., Kochuk E.V., Dmitrienko S.G. Magnetic sorbents on a basis of nanoparticles of iron oxides for liberation and concentration of organic compounds. *Journal of analytical chemistry*, 2016, vol. 71, no. 4. pp. 339–356. DOI: 10.7868/S0044450216040071. (In Russ.)
9. Zhu J. et al. Magnetic nanocomposites for environmental remediation *Advanced Powder Technology*, 2013, vol. 24, pp. 459–467.
10. Aysha Ali Ahribesh *Synthesis, characterization and application of magnetic adsorbents based on sepiolite and zeolite*: Doctoral Dissertation. Belgrade, 2016, 178 p.
11. Niftaliev S.I. et al. The way of obtaining of a sorbent with magnetic properties for a collection of petroleum products from water surface. Patent RF, no. 2518586, 2014. (In Russ.)
12. Kydraliev K.A. et al. Magnetic compositional sorbent. Patent RF, no. 2547496, 2015. (In Russ.)
13. *Porous magnetic sorbent*: patent US2013284968 A1 The United States; PCT Filed: 21.06.2011; Pub. Date: 31.10.2013. Available at: espacenet.com.
14. Y.-J. Tu et al. Treatment of complex heavy metal wastewater using a multi-staged ferrite process. *Journal of Hazardous Materials*, 2012, vol. 209–210, pp. 379–384.
15. Pritosiwi Gumelar *Removal of metal ions from synthetic and galvanic wastewater by their incorporation into ferrites*: Doktor-Ingenieurin genehmigte Dissertation. Jakarta, 2012, 194 p.

16. Heuss-Aßbichler S., Huber A.L., John M. Recovery of heavy metals from industrial wastewater – is it worth it? // *Fifth International Conference on Industrial & Hazardous Waste Management: Proceedings CRETE 2016* (Chania – Crete – Greece, 27–30 September 2016). 2016. 10 p.
17. Heuss-Aßbichler S., John M., Huber A.L. A new procedure for recovering heavy metals in industrial wastewater // *WIT Transactions on Ecology and The Environment*. 2016. Vol. 202. Pp. 85–96. DOI: 10.2495/WM160091.
18. Removal of heavy metals by the ferrite process / X. Song et al. // *Conference on Environmental Pollution and Public Health*. 2010. Pp. 1030–1032.
19. Harikishore Kumar Redd D., Yeoung-Sang Yun Spinel ferrite magnetic adsorbents: Alternative future materials for water purification? // *Coordination Chemistry Reviews*. 2016. Vol. 315. Pp. 90–111.
20. ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений. М., 2011. 20 с.
21. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. // *Рос. газета*. 2008. 2 июля.
22. ГОСТ Р 8.753–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения. М., 2013. 19 с.
23. ГОСТ Р 8.871–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы предприятий и отраслей. Общие требования. М., 2015. 15 с.
24. Теплая Г.А. Тяжелые металлы как фактор загрязнения окружающей среды (обзор литературы) // *Астраханский вестник экологического образования*. 2013. № 1 (23). С. 182–192.
25. ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности. М., 2007. 7 с.
26. ПНД Ф 14.1:2.46–96 Методика измерений массовой концентрации никеля в природных и сточных водах фотометрическим методом с диметилглиоксимом. М., 2013. 21 с.
27. ПНД Ф 14.1:2.4.50–96 Методика измерений массовой концентрации общего железа в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой. М., 2011. 22 с.
16. Heuss-Aßbichler S., Huber A.L., John M. Recovery of heavy metals from industrial wastewater – is it worth it? *Fifth International Conference on Industrial & Hazardous Waste Management: Proceedings CRETE 2016*. Chania – Crete – Greece, 27–30 September 2016. 10 p.
17. Heuss-Aßbichler S., John M., Huber A.L. A new procedure for recovering heavy metals in industrial wastewater. *WIT Transactions on Ecology and The Environment*, 2016, vol. 202, pp. 85–96. DOI: 10.2495/WM160091.
18. Song X. et al. Removal of heavy metals by the ferrite process. *Conference on Environmental Pollution and Public Health*, 2010, pp. 1030–2.
19. Harikishore Kumar Redd D., Yeoung-Sang Yun Spinel ferrite magnetic adsorbents: Alternative future materials for water purification? *Coordination Chemistry Reviews*, 2016, vol. 315, pp. 90–111.
20. GOST R 8.563–2009 State Standard 8.563–2009 State system for ensuring the uniformity of measurements. Procedures of measurements. Moscow, Standartinform Publ., 2009, 20 p. (In Russ.)
21. Federal law “On ensuring the uniformity of measurements” No FZ-102 of 26/06/2008. Moscow. (In Russ.)
22. GOST R 8.753–2011. State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of materials (substances). Basic principles. Moscow, Standartinform Publ., 2013, 19 p. (In Russ.)
23. GOST R 8.871–2014 State system for ensuring the uniformity of measurements. In house reference materials, reference materials of the branches. The general requirements. Moscow, Standartinform Publ., 2015, 15 p. (In Russ.)
24. Teplaja G.A. Heavy metals as a factor of environmental contamination (literature review). *Astrahanskij vestnik ekologicheskogo obrazovaniia = Astrakhan herald of ecological education*, 2013, no.1 (23), pp. 182–192. (In Russ.)
25. GOST 12.1.007–76 Occupational safety standards system. Noxious substances. Classification and general safety requirements. Moscow, Standartinform Publ., 2007, 7 p. (In Russ.)
26. PND F 14.1:2.46–96 Method of measurements of nickel mass concentration in natural water and wastewater by photometric method with dimethylglyoxime. Moscow, 2013, 21 p. (In Russ.)
27. PND F 14.1:2.4.50–96 Method of measurements of total iron mass concentration in drinking water, surface water and wastewater by photometric method with sulfosalicylic acid. Moscow, 2011, 22 p. (In Russ.)

28. ПНД Ф 14.1:2.195–2003 (ФР.1.31.2007.03804) Методика измерений массовой концентрации ионов цинка в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфарсазеном. М., 2012. 18 с.
29. ПНД Ф 14.1:2.4.48–96 Методика измерений массовой концентрации ионов меди в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с диэтилдитиокарбаматом свинца. М., 2011. 22 с.
30. ПНД Ф 14.1:2.4.52–96 Методика измерений массовой концентрации ионов хрома в питьевых, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с дифенилкарбазидом. М., 2016. 22 с.
31. ПНД Ф 14.1:2.61–96 Методика измерений массовой концентрации марганца в природных и сточных водах фотометрическим методом с персульфатом аммония. М., 2013. 18 с.
32. ПНД Ф 14.1.272–2012 Методика измерений массовой концентрации нефтепродуктов в сточных водах методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН. М., 2017. 24 с.
33. Алесковский В.Б., Бардин В.В., Бойчинова Е.С. Физико-химические методы анализа. Л.: Химия, 1988. 376 с.
34. Паспорт. Руководство по эксплуатации. Спектрофотометр ПромЭкоЛаб ПЭ-5300/PromEcoLab PE-5300V ООО «ПромЭкоЛаб».
35. ГОСТ 4212–76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа. М., 2008. 22 с.
36. ГОСТ 6709–72 Межгосударственный стандарт. Вода дистиллированная. Технические условия. М., 2010. 12 с.
37. ИШВЖ.011 РЭ Руководство по эксплуатации. Концентратометр КН-3.
38. Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия ФГБУ «ФЦАО» [Электронный ресурс] // Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия, Росприроднадзор [сайт]. URL: <http://fcao.ru/metodiki-kkha.html> (дата обращения: 18.03.2017).
39. СанПиН 2.1.4.1074–2001 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества.
40. Флорес Ариас М.М. Разработка сорбента с магнитными свойствами на основе оксидов железа и отходов металлургического производства для ликвидации аварийных разливов нефтепродуктов: дис. ... канд. техн. наук. Белгород, 2012. 141 с.
41. Химическая энциклопедия / Редкол.: Кнунянц И.Л. и др. М.: Советская энциклопедия, 1992. Т. 3. С. 446, 207. 639 с.
28. PND F 14.1:2.195–2003 (FR.1.31.2007.03804) Method of measurements of zinc ions mass concentration in natural water and wastewater by photometric method with sulpharsazene. Moscow, 2012, 18 p. (In Russ.)
29. PND F 14.1:2.4.48–96 Method of measurements of copper ions mass concentration in drinking water, surface water and wastewater by photometric method with lead diethyldithiocarbamate. Moscow, 2011, 22 p. (In Russ.)
30. PND F 14.1:2.4.52–96 Method of measurements of chromium ions mass concentration in drinking water, surface water and wastewater by photometric method with diphenylcarbazine. Moscow, 2016, 22 p. (In Russ.)
31. PND F 14.1:2.61–96 Method of measurements of manganese mass concentration in natural water and wastewater by photometric method with ammonium persulphate. Moscow, 2013, 18 p. (In Russ.)
32. PND F 14.1.272–2012 Method of measurements of petroleum products mass concentration in wastewater by the method of IR spectrophotometry with the application of KN series concentrators. Moscow, 2017, 24 p. (In Russ.)
33. Aleskovskij V.B., Bardin V.V., Bojchinova E.S. *Physico-chemical methods of analysis*. Leningrad: Himia Publ., 1988, 376 p. (In Russ.)
34. Passport. Manual. Spectrophotometer PromEcoLab PE-5300V "PromEcoLab". (In Russ.)
35. GOST 4212–76 Reagents. Methods for preparation of solutions for colorimetric and nephelometric analysis. Moscow, Standartinform Publ., 2008, 22 p. (In Russ.)
36. GOST 6709–72 Distilled water. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 2010, 12 p. (In Russ.)
37. ISHVZH.011 RE Manual. Concentration meter KN-3. (In Russ.)
38. Federal center of analysis and evaluation of the technogenic impact] (2017). Available at: <http://fcao.ru/metodiki-kkha.html> [accessed 18 march 2017].
39. SanPiN 2.1.4.1074–2001 Drinking water. Hygienic requirements to quality of water of centralized drinking water supply systems. Quality control. (In Russ.)
40. Flores Arias M.M. *Development of the sorbent with magnetic properties on the basis of iron oxides and waste of the metallurgical production for the liquidation of emergency petroleum spills*. Ph.D. Techn. sci. diss. Belgorod, 2012, 141 p. (In Russ.)
41. Knunjanc I.L. et al. *Chemical encyclopedia*. Moscow, Sovetskaia entsiklopediia Publ., 1992, 639 p. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Долбня Инна Валерьевна –

аспирант кафедры «Экология и дизайн», Энгельсский технологический институт (филиал) Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. (ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А.) Российская Федерация, Саратовская обл., 413100, г. Энгельс, пл. Свободы, 17
e-mail: inna0308@yandex.ru
ORCID ID: 0000-0003-0065-0196

Татаринцева Елена Александровна –

канд. техн. наук, доцент кафедры «Экология и дизайн», Энгельсский технологический институт (филиал) Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. (ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А.) Российская Федерация, Саратовская обл., 413100, г. Энгельс, пл. Свободы, 17
e-mail: tatarinceva-elen@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-5925-3227

Козьмич Кристина Васильевна –

студентка 4-го курса, кафедра «Экология и дизайн», Энгельсский технологический институт (филиал) Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. (ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А.) Российская Федерация, Саратовская обл., 413100, г. Энгельс, пл. Свободы, 17
e-mail: kozmichk@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-8831-1174

Комиссаренко Мария Викторовна –

студентка кафедры «Экология и дизайн», Энгельсский технологический институт (филиал) Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. (ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А.) Российская Федерация, Саратовская обл., 413100, г. Энгельс, пл. Свободы, 17
e-mail: komissarenko97@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-7360-5620

Захареви́ч Андрей Михайлович –

канд. физ.-мат. наук, заведующий Лабораторией диагностики наноматериалов и структур, Образовательно-научный институт наноструктур и биосистем, Саратовский национальный исследовательский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского (СГУ имени Н.Г. Чернышевского) Российская Федерация, 410012, г. Саратов, ул. Астраханская, 83
e-mail: lab-15@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-3813-5870

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Inna V. Dolbnya –

Postgraduate student, Department of Ecology and Design, Yuri Gagarin State Technical University of Saratov.
17 Svobody Sq., Engels, 413100, the Russian Federation
e-mail: inna0308@yandex.ru
ORCID ID: 0000-0003-0065-0196

Elena A. Tatarintseva –

Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of Ecology and Design, Yuri Gagarin State Technical University of Saratov.
17 Svobody Sq., Engels, 413100, the Russian Federation
e-mail: tatarinceva-elen@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-5925-3227

Christina V. Kozmich

4th year student, Department of Ecology and Design, Yuri Gagarin State Technical University of Saratov.
17 Svobody Sq., Engels, 413100, the Russian Federation
e-mail: kozmichk@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-8831-1174

Maria V. Komissarenko

Student, Department of Ecology and Design, Yuri Gagarin State Technical University of Saratov.
17 Svobody Sq., Engels, 413100, the Russian Federation
e-mail: komissarenko97@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-7360-5620

Andrey M. Zakharevich –

Cand. Sci. (Phys.-Math.), Chief of Nanomaterials and structures diagnostic laboratory, Education and Research Institute of Nanostructures and Biosystems, Saratov State University named after N.G. Chernyshevsky
83 Astrakhanskaya St., Saratov, 410012, the Russian Federation
e-mail: lab-15@mail.ru
ORCID ID: 0000-0002-3813-5870

МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ / GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS. INTERNATIONAL STANDARDS

■ ЕВРАХИМ (EURACHEM) В РОССИИ / EURACHEM IN RUSSIA

МЕЖДУНАРОДНОЕ НОРМАТИВНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ В ОБЛАСТИ МЕТРОЛОГИИ АНАЛИТИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ – *EURACHEM* В РОССИИ

INTERNATIONAL REGULATORY AND METHODOLOGICAL COOPERATION IN THE SPHERE OF METROLOGY OF ANALYTICAL MEASUREMENTS – *EURACHEM* IN RUSSIA

М.Ю. Медведевских^а, В.Б. Барановская^б

^а Уральский научно-исследовательский институт метрологии,
Екатеринбург, Российская Федерация
e-mail: lab241@uniim.ru

^б Государственный научно-исследовательский и проектный институт
редкометаллической промышленности «Гиредмет»,
Москва, Российская Федерация

Вопросы обеспечения прослеживаемости, исследования и оценивания неопределенности, оценки пригодности и валидации аналитических методов, выбора и применения стандартных образцов для достижения поставленной цели и ряд других ключевых вопросов – основные аспекты деятельности Европейского общества по аналитической химии EURACHEM (Еврахим).

В настоящее время в Еврахим входит 32 страны-члена. Успешная деятельность Еврахим напрямую связана с взаимодействием со следующими европейскими профильными организациями:

- *European accreditation*, EA – Европейское сотрудничество по аккредитации, www.european-accreditation.org;
- *Eurolab* – Европейская федерация национальных ассоциаций измерительных, испытательных и аналитических лабораторий, www.eurolab.org;
- *EURAMET* – Европейская организация национальных метрологических институтов, посредством Technical Committee of Metrology in Chemistry, TC-MC – Технического комитета по метрологии в химии, www.euramet.org;
- *Европейская комиссия*, посредством Institute for Reference Materials and Measurements, IRMM – Института эталонных материалов и измерений, www.ec.europa.eu;

международными организациями:

- *Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry*, CITAC – Международное сотрудничество по прослеживаемости в аналитической химии, www.citac.cc;
- *Consultative Committee for Amount of Substance: Metrology in Chemistry and Biology*, CCQM BIPM – Консультативный комитет по количеству вещества Международного бюро мер и весов, www.bipm.org/en/committees/cc/ccqm;

- *International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC* – Международный союз теоретической и прикладной химии, www.iupac.org;
- *Codex Alimentarius* – Кодекс Алиментариус, посредством Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling, CCMA – Комитета по методам анализа и отбора проб, www.fao.org;
- *International Organization for Standardization, ISO* – Международная организация по стандартизации, www.iso.org;
- *ISO/REMCO “Committee on reference materials”* – Комитет ISO по стандартным образцам, www.iso.org/remco.

Одним из главных результатов более чем 25-летней деятельности Еврахим являются руководства (Guides), наиболее известные из которых в России:

- *Quantifying uncertainty in analytical measurement (QUAM:2012)* – Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях¹;
- *Traceability in Chemical Measurements (2003)* – Прослеживаемость в химических измерениях² – они на долгие годы стали настольными изданиями аналитиков и метрологов нашей страны.

Данная рубрика посвящена основным направлениям нормативно-методической деятельности Еврахима, стратегическим планам и задачам. Будут обсуждаться проекты разрабатываемых документов, планируемые мероприятия.

В этом и последующих номерах мы будем публиковать переводы на русский язык информационных брошюр, подготовленных рабочими группами Еврахим. Данные брошюры содержат информацию по вопросам качества измерений, предназначенную для широкой аудитории, включающей сотрудников и руководителей испытательных лабораторий, менеджеров по качеству и клиентов лабораторий.

В этом номере представлен перевод брошюры «You talk, we understand – The way out of the tower of Babel», разработанной рабочей группой Еврахим по образованию и профессиональной подготовке.

¹ EURACHEM / CITAC. Руководство: Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях, третье издание (2012) / под ред. S.L.R. Ellison, A. Williams. ISBN 978-0-948926-30-3. URL: <https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/quam>.

² EURACHEM / CITAC. Руководство: Прослеживаемость в химических измерениях (2003) / под ред. S.L.R. Ellison, B. King, M. Rösslein, M. Salit, A. Williams. URL: <https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/trc>.

Вы говорите, мы понимаем.

Выход из проблемы Вавилонской башни

Проблема

Мы живем в «глобальной деревне», но все мы разные и говорим на разных языках.

Даже когда люди говорят на одном языке, одни и те же слова могут быть использованы с различными значениями. Вот, например, некоторые различия в значении слова *standard* в английском языке: «нормативный документ», «раствор известной концентрации» или даже «тип флага».

Даже в одной и той же области деятельности неправильное понимание может привести к пустой трате времени и денег или даже к более серьезным последствиям.

Когда речь идет о лабораторных испытаниях, отсутствие единого понимания ключевых терминов, а также некорректные переводы оставляют место для различных интерпретаций установленных требований. Например, исторически существовало несколько различных, но, тем не менее, близких областей использования термина «предел обнаружения». Неправильное его толкование может привести к неадекватному выполнению требований, таким образом, становясь препятствием для получения аналитических данных, пригодных для использования по назначению. Единая для лабораторий и органов по аккредитации интерпретация понятий, связанных с качеством измерений, также имеет решающее значение для беспристрастного и согласованного подхода к оценке деятельности лабораторий по всему миру.

Точность! Правильность!



Единый язык

Нам нужен единый язык, ясный и недвусмысленный. Нам необходим общий лексический набор, чтобы дать четкие определения понятиям и связанным с ними терминам.

Для этого усилиями ряда организаций разработан международный словарь по метрологии (VIM) [1], цель которого – достижение однозначного толкования понятий, связанных с измерениями во всех областях.

VIM является нормативным документом для ряда международных стандартов, таких как ISO/IEC 17025, ISO 15189 и ISO/IEC 17043, служащих основой для проведения аккредитации лабораторий.



Достаточно ли этого?

Персонал лаборатории по-прежнему сталкивается с некоторыми проблемами, которые должны быть решены:

- Многие люди путаются как в понятиях, так и в терминах.
- Сложными для понимания являются «формальные» определения, приведенные в VIM и представляющие собой короткие утверждения, предназначенные для применения в самых различных областях измерения.
- Перевод на другие языки может усилить путаницу, например, если для одного и того же понятия из VIM в разных областях используются различные термины, а переводчик этого не учитывает.



Eurachem
A FOCUS FOR
ANALYTICAL CHEMISTRY
IN EUROPE

- При попытке найти консенсус в измерениях в области химии и биологии были внесены некоторые существенные изменения в терминологию. До сих пор используются некоторые «старые» понятия, имеющие новые имена, например, «внутрилабораторная воспроизводимость» вместо «промежуточная прецизионность».

Для решения этих проблем Еврахим подготовил руководство [2], представляющее собой доступное справочное пособие, которое содержит простые и соответствующие контексту объяснения наиболее актуальных для аналитиков терминов, снабженные дополнительными примерами, касающимися этих понятий в химических и биологических измерениях.

Вы понимаете значение этих терминов?

Вас интересуют **количественные** характеристики или **качественные**?

В зависимости от ответа, вы будете использовать **методику измерений** или **исследования**?

Являются ли требования к **верификации** метода такими же, как к **валидации** метода, или менее значимыми?

Вам необходима **калибровка** или только проверка работоспособности (оборудования)?

Есть ли в вашей лаборатории **стандартные образцы**?

Забываетесь ли вы об обеспечении **метрологической прослеживаемости**?

Выше приведены и выделены примеры терминов, связанных с достоверностью любого результата измерения, которые необходимо четко понимать.

Пример. Точность, правильность, прецизионность: есть ли между этими терминами разница?

- Близость между результатами измерений (описывается понятием «прецизионность»).
- Близость среднего значения результатов измерений к опорному значению (описывается понятием «правильность»).
- Близость измеренного значения к истинному значению измеряемой величины (описывается понятием «точность», включающим понятия как правильности, так и прецизионности).

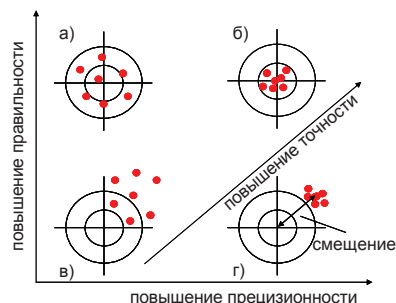
На рисунке продемонстрированы различные ситуации:

а) низкая прецизионность, высокая правильность;

б) высокие прецизионность и правильность;

в) низкие прецизионность и правильность;

г) высокая прецизионность, низкая правильность.



Путем повышения прецизионности и правильности достигается повышение точности.

Актуально ли все вышеизложенное для вас?

Вы работаете в лаборатории в качестве аналитика, или менеджера по качеству, или руководителя?

Вы вовлечены в другие виды деятельности, связанные с анализом, такие как проведение проверки квалификации (лаборатории), производство стандартных образцов или аккредитация?

Вы преподаете или изучаете дисциплины, связанные с измерениями?

Вы используете результаты измерений или регламентируете их использование?

Если вы ответили «да» на любой из этих вопросов, то следующие документы нужны для вас.

Литература

1. Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM). 3-е изд. JCGM 200:2012. URL: www.bipm.org/vim. Html-формат см. – URL: www.bipm.org/en/publications/guides/vim.html.

2. Руководство Еврахим: Терминология в аналитических измерениях – Введение к VIM3 (2011) / под ред. В.Дж. Барвика и Э. Причарда. ISBN 978-0-948926-29-7. URL: www.eurachem.org/index.php/publications/guides/terminology-in-analytical-measurement.

Разработано рабочей группой Еврахим по образованию и профессиональной подготовке.

Первое издание на англ. яз., декабрь 2015

Перевод и адаптация на русский язык выполнены Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ) www.eurachem.org

■ ISO/РЕМКО / ISO/РЕМКО

ОБЗОР ОФИЦИАЛЬНЫХ ПЕРЕВОДОВ НА РУССКИЙ ЯЗЫК
ДОКУМЕНТОВ ISO/РЕМКОOVERVIEW OF OFFICIAL TRANSLATIONS OF ISO/РЕМКО
DOCUMENTS INTO RUSSIAN

Кремлёва О.Н.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии,
Екатеринбург, Российская Федерация
e-mail: kremleva77@yandex.ru

ФГУП «УНИИМ», являясь Научным методическим центром ГССО, регулярно проводит работы, направленные на признание в РФ в качестве официально зарегистрированных переводов основополагающих документов ISO/РЕМКО путем их переводов на русский язык и официальной регистрации в ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» и, при необходимости, гармонизации действующих национальных нормативных документов со стандартами ISO/РЕМКО. К числу зарегистрированных в последнее время официальных переводов относятся следующие документы¹.

Технический отчет ISO 79:2015 «Стандартные образцы. Примеры стандартных образцов качественных свойств» – ISO/TR 79:2015 «Reference materials – Examples of reference materials for qualitative properties» (Номер регистрации официального перевода: 8965/ISO/TR. Дата регистрации: 22.11.2016)

Технический отчет обобщает разнообразный опыт организаций – изготовителей стандартных образцов (СО) по производству СО качественных свойств и их представление полученных специфических подходов к разработке СО качественных свойств.

Потребность в разработке руководства по производству СО качественных свойств была обозначена многими экспертами, но в связи с ограниченным объемом информации разработка такого руководства, признанного на международном уровне, оказалась невозможной. Вместо этого было принято решение начать разработку Технического отчета ISO.

В настоящем Техническом отчете приведены примеры СО, сертифицированной (аттестованной) характеристикой которых является качественное свойство. Ввиду того что для СО качественных свойств в настоящее время отсутствует терминология и методология сертификации (аттестации), в настоящем Техническом отчете использована соответствующая методология в области СО количественных свойств (например, оценивание однородности и прослеживаемости), при этом ее интерпретация различается у каждого из изготовителей СО качественных свойств. Этот подход применен намеренно, поскольку ключевой целью настоящего Технического отчета является развитие проходящих по этому вопросу дискуссий.

ISO 80:2015 «Руководство по внутрилабораторному изготовлению материалов для контроля качества (МКК)» – ISO Guide 80:2014 “Guidance for in-house preparation of quality control materials (QCMs)”
(Номер регистрации: 9262/ISO. Дата регистрации: 12.04.2017)

Настоящим Руководством определены основные подходы по созданию материалов для контроля качества (МКК) и описаны процедуры, с помощью которых эти МКК могут быть изготовлены квалифицированным персоналом

¹ В обзорах применена терминология в соответствии с представленной в источнике.

в рамках предприятия, в котором они будут использоваться. Руководство предназначено в первую очередь для персонала лабораторий, занимающегося изготовлением и применением МКК для целей внутреннего контроля качества.

Изготовление МКК может быть обосновано рядом причин:

- необходимостью наличия МКК, максимально соответствующих по матрице рутинным пробам;
- необходимостью наличия МКК в дополнение к имеющемуся или приобретаемому сертифицированному (аттестованному) СО;
- отсутствием сертифицированного (аттестованного) СО, подходящего для контроля качества;
- возможностью применения МКК, не имеющих полных характеристик сертифицированного (аттестованного) СО (например, прослеживаемость и неопределенность для конкретных значений свойств).

В основные главы настоящего Руководства включена общая информация о подходах по созданию МКК, а конкретные примеры представлены в приложениях. Рассмотрение конкретных примеров не является инструкцией по технологическим процессам, а представляет собой освещение некоторых ключевых моментов при создании МКК.

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ / INFO. NEWS. EVENTS

■ ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ / OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS

ВАЛИДАЦИЯ МЕТОДОВ ИСПЫТАНИЙ, ЧЕЛОВЕЧЕСКИЕ ОШИБКИ И НЕОПРЕДЕЛЕННОСТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

VALIDATION OF TEST METHODS, HUMAN ERRORS AND MEASUREMENT UNCERTAINTY OF RESULTS

Кусельман Илья

Независимый консультант по метрологии, Модиин, Израиль
ilya.kuselman@gmail.com

Третий семинар по метрологии и качеству результатов в аналитической химии, проводимый раз в два года совместно Международной организацией теоретической и прикладной химии (IUPAC) и Международной кооперацией для прослеживаемости в аналитической химии (CITAC), состоялся 23 января 2017 года в Кфар Маккабия, Израиль. Семинар был организован с участием Израильского общества аналитической химии (IACS), Израильского управления по аккредитации лабораторий (ISRAC) и компании Биофорум (Bioforum Ltd). Спонсором выступила корпорация «Сигма-Алдрич», которая является сегодня частью компании «Мерк» (Sigma-Aldrich/Merck). Отчеты о предыдущих двух семинарах опубликованы в журнале *Chemistry International* [1, 2].

Настоящий семинар, названный «Валидация методов испытаний, человеческие ошибки и неопределенность результатов измерений», был запланирован как этап проекта IUPAC www.iupac.org/project/2016-007-1-500. Валидация методов испытаний (в том числе химико-аналитических) – одно из основных требований при подтверждении компетенции испытательных и калибровочных лабораторий (ISO/IEC 17025 [3]) и лабораторий референтных измерений в лабораторной медицине (ISO 15195 [4]). Эти же требования выдвигаются национальными регуляторами, например Управлением по надзору за качеством пищевых продуктов и медикаментов в США, Агентством по регулированию лекарственных средств и изделий медицинского назначения Велико-

британии и др. Существует ряд руководств в различных отраслях промышленности и химико-аналитических обществах, адаптирующих данные требования для конкретных целей и лабораторий.

Основной задачей семинара являлось обсуждение опыта химиков-аналитиков, метрологов и специалистов по качеству в области валидации методов в фармацевтической промышленности, испытаниях продуктов питания, анализе окружающей среды и других областях. Это обсуждение включало следующие темы:

- использование результатов изучения человеческих ошибок для валидации аналитических методов;
- оценка неопределенности результатов испытаний как часть задачи валидации методов испытаний;
- оценка вероятностей неверных решений при установлении соответствия нормам результатов испытаний, полученных валидируемыми методами.

Семинар открыл д-р Илья Кусельман, председатель Международного консультационного комитета семинара. Затем д-р Бертил Магнуссон, Государственный испытательный / технический исследовательский институт Швеции (SP Technical Research Institute of Sweden), прочел ключевую лекцию «Соответствие цели аналитических методов: валидация метода в лаборатории и связанные с этим темы», разъясняющую соответствующее руководство Европейского сообщества организаций по аналитической химии (Eurachem) [5]. Г-н Илан Ландсман (Mr. Ilan Landsman), ISRAC, Израиль, информировал участников

семинара в его лекции об изменениях в требованиях к валидации и верификации методов при аккредитации измерительных и испытательных лабораторий в новой версии стандарта ISO/IEC 17025, которая сейчас проходит процедуру голосования и будет, по-видимому, издана в текущем году. Следующая лекция об установлении и использовании целевой (допустимой) неопределенности результатов измерений в аналитической химии была прочитана проф. Рикардо да Сильва, Лиссабонский университет (Prof. Ricardo J.N.B. da Silva, University of Lisbon), Португалия. Она была посвящена такому ключевому понятию в валидации методов, как «соответствие цели» или «соответствие предназначению», в терминах неопределенности результатов измерений и ее целевой величины, описанных в руководстве Eurachem/CITAC [6]. Оценка вероятностей неверных решений (рисков) при установлении соответствия результатов испытаний нормам, обусловленных измерительной неопределенностью, была предметом лекции д-ра Франчески Пеннеки, Национальный институт метрологических исследований Италии (Dr. Francesca Pennechi, Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica – INRIM). Ее лекция, основанная на рекомендациях Совместного комитета по руководствам в метрологии (JCGM) [7], Eurachem/CITAC [8] и IUPAC/CITAC [9], помогла участникам семинара понять метрологические и математические основы, необходимые для расчетов этих рисков. Д-р Пеннеки информировала также о лекции разработчиков проекта IUPAC по оценке общего риска неверных решений при установлении соответствия нормам многокомпонентного материала, запланированной на следующий день, на конференции «Исраналитика» [10].

В лекции д-ра Кусельмана «Исследование человеческих ошибок как часть валидации метода» было предложено использовать для валидации составление карты возможных сценариев человеческих ошибок на различных этапах анализа, в соответствии с руководством IUPAC/CITAC [11]. Результаты такого исследования могут быть полезны для правильного формулирования бюджета неопределенности результатов измерений, усовершенствования стандартной процедуры измерений, а также для тренинга аналитиков (как избежать ошибок) и для руководства. Карта сценариев ошибок, включенная в отчет по валидации, может быть также полезна как контрольный список вопросов для оценки готовности аналитика к выполнению анализа, и др. Г-жа Карен Гинсбури, Фармацевтический консалтинг (Ms. Karen Ginsbury, PCI Pharmaceutical Consulting), Израиль, рассказала в своей лекции о практическом применении управления рисками в химическом анализе, также обра-

щая внимание в основном на человеческие ошибки как фактор риска. Она сказала, что предотвращение ошибок в процессе анализа возможно за счет:

- 1) вложений в образование и улучшения знаний персонала, ответственного за написание методов (стандартных процедур измерений);
- 2) выполнения робастной валидации после формальной оценки рисков;
- 3) мониторинга рисков с использованием контрольных карт и непрерывного процесса верификации метода анализа;
- 4) корректирующих и упреждающих действий (CAPA), аудита, ошибки и отклика на нее как связи в отношении риска;
- 5) обзора управления процесса анализа как обзора рисков и улучшения оценки рисков.

После этих лекций д-р Микела Сегга (Dr. Michela Segga), INRIM, Италия, провела дискуссию (круглый стол) на тему «Существует ли связь между валидацией методов, человеческими ошибками и оценкой неопределенности результатов измерений?». Д-р Кусельман представил на обсуждение в этой связи вопрос об учете систематического отклонения (bias) результатов измерений, испытаний или анализа в расчете измерительной неопределенности в законодательной метрологии. В рекомендациях Международной организации законодательной метрологии (например, OIML R111-1 [12] и OIML R126 [13]) это отклонение ограничено «максимальной допустимой ошибкой». Однако в дополнение к этому bias также должен быть принят во внимание как часть измерительной неопределенности при оценке соответствия результата измерения номинальной величине, например номинальному весу или предельно допустимому содержанию алкоголя в выдыхаемом водителем воздухе по национальному закону. Д-р Магнуссон предположил, что таким образом уровень доверительной вероятности результата измерения или испытания для целей законодательной метрологии больше, чем обычный (95 %). Д-р Маркус Обкирчер (Dr. Markus Obkircher), Merck, Швейцария, обсудил роль сертифицированных стандартных образцов (CRMs) для оценки bias при валидации методов и рассказал о разработках Sigma-Aldrich/Merck в области CRMs.

Вторая часть дня семинара началась с лекции проф. Эмиля Башканского, ОРТ Брауде Колледж (Prof. Emil Bashkansky, ORT Braude College), Израиль. Эта лекция была посвящена валидации качественных методов, оценке их воспроизводимости и сходимости. Профессор Башканский обсудил применение таких статистических методов, как «категорийный анализ

дисперсии» (CATANOVA) и «ординальный анализ дисперсии» (ORDANOVA) для анализа результатов испытаний номинальных и ординальных свойств. В качестве примера были проанализированы результаты экспертных оценок цвета жемчужин, выращенных в пресноводных бассейнах.

Д-р Аннели Крув, Университет Тарту (Dr. Anneli Kruve, University of Tartu), Эстония, говорила в своей лекции о роли матрицы анализируемого материала или объекта при валидации методов, основанных на жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией (LC/MS). Доктор Шуламит Левин, Вотерс (Dr. Shulamit Levin, Waters), Израиль, доложила об использовании чистоты пика и спектрального соответствия в процессе валидации методов жидкостной хроматографии (LC). Темой лекции д-ра Бьянки Аврамович, Фармацевтическая компания «Тева» (Dr. Bianca Avramovitch, Teva Pharmaceutical Industries Ltd), Израиль, было «Аналитическое планирование качества (AQbD) на практике: оценка рисков основанная на методологии анализа эффекта отказа (FMEA), примененная для приготовления сложных проб и хроматографического разделения загрязнений в них». Как и на прошлом семинаре в 2015 году, д-р Орна Дрейзен, «Некстар Хемфарма Солюшинс» (Dr. Orna Dreazen, Nextar Chempharma Solutions Ltd), Израиль, подвела итог дню работы, спрашивая участников семинара в ее лекции «Может ли теория (валидации методов) работать в реальности?» Д-р Дрейзен сказала, что ее опыт работы в фармацевтической промышленности указывает на ряд проблем: на план валидации влияют практические обстоятельства, такие как наличие проб материала, их стоимость, продолжительность валидации и др. Кроме

того, во время валидации может быть обнаружена плохая воспроизводимость результатов измерений и/или их недостаточная правильность, требующие возвращения на стадию разработки метода. Таким образом, важно понимание, что валидация метода анализа является нерутинной задачей.

Затем круглый стол «Как можно запланировать валидацию, чтобы снабдить пользователя метода максимальной информацией?» был проведен д-ром Рафаэлем Баром, БР «Консалтинг» (Dr. Raphael Bar, BR Consulting), Израиль. Д-р Кусельман обсудил новое руководство Международной ассоциации официальных химиков-аналитиков (AOAC International) [14], включающее критерии характеристик аналитических методов, которые могут быть применены при валидации. Д-р Хельмут Брода, «Перкин Эльмер» (Dr. Hellmuth Broda, Perkin Elmer), Швейцария, рассказал о сервисе, недавно организованном его компанией, для валидации аналитических методов и других задач, возникающих на различных этапах разработки и применения методов. Д-р Михаил Заяц, Институт защиты растений, Республика Беларусь, возвратился к таким вызовам в валидации методов газовой хроматографии (GC), как матричный эффект и нарушение линейности отклика измерительной системы.

Больше деталей о семинаре и презентации (pdf-файлы) можно найти на сайте семинара: <http://bioforumconf.com/satellite-event2017>.

В следующие два дня, 24–25 января, участники семинара продолжили обсуждение на конференции и выставке «Исраналитика-2017» (<http://www.isranalytica.org.il>).

Английская версия настоящего сообщения опубликована в журнале *Chemistry International* [15].

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Kuselman I., Fajgelj A. (2013). Human errors and out-of-specification test results. *Chem. Int.* 35/3: 30–31.
2. Kuselman I. (2015). Human errors and quality of chemical analytical results. *Chem. Int.* 37/3: 30–32.
3. ISO/IEC 17025 (2005). General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
4. ISO 15195 (2003). Laboratory medicine – Requirements for reference measurement laboratories.
5. Magnusson B., Örnemark U. (eds.) (2014). Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, 2nd ed. URL: www.eurachem.org.
6. Bettencourt da Silva R., Williams A. (eds.) (2015). Eurachem/CITAC Guide: Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement, 1st ed. URL: www.eurachem.org.
7. JCGM 106 Guide (2012): Evaluation of measurement data – The role of measurement uncertainty in conformity assessment. URL: www.bipm.org.
8. Ellison S.L.R., Williams A. (eds.) (2007). Eurachem/CITAC Guide: Use of uncertainty information in compliance assessment, 1st ed. URL: www.eurachem.org.
9. Kuselman I., Penneccchi F., Burns C., Fajgelj A., de Zorzi P. (2012). IUPAC/CITAC Guide: Investigating out-of-specification test results of chemical composition based on metrological concepts (IUPAC Technical Report). URL: www.citac.cc.
10. Kuselman I., Penneccchi F., da Silva R.J.N.B., Hibbert D.B. (2017). Total risk of false decisions on conformity of multicomponent material due to measurement uncertainty (abstract). Isranalytica Conference and Exhibition, Tel Aviv, Israel. URL: www.isranalytica.org.il.

11. Kuselman I., Pennecchi F. (2016). IUPAC/CITAC Guide: Classification, modeling and quantification of human errors in a chemical analytical laboratory (IUPAC Technical Report). URL: www.citac.cc; the Guide overview see in: *Chem. Int.* (2016) 38/5: 27–30.
12. OIML R 111-1 (2004). Weights of classes E_1 , E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} and M_3 . Part 1: Metrological and technical requirements. URL: www.oiml.org.
13. OIML R 126 (2012). Evidential breath analyzers. URL: www.oiml.org.
14. AOAC International (2016). Guidelines for method performance requirements. URL: www.aoac.org.
15. Kuselman I. (2017). Validation of test methods, human errors and measurement uncertainty of results. *Chem. Int.* 39/2: 40–42.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ
И МЕТРОЛОГИИ

ООО "НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ
ЦЕНТР "НАВИТЕСТ"
(Техническое обеспечение и
организация проведения конференции)

II МЕЖДУНАРОДНАЯ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ "МЕТРОЛОГИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ" 20-22 сентября 2017



Организационный комитет Международной научно-технической конференции "Метрология физико-химических измерений" приглашает вас принять участие в конференции, которая состоится с 20 по 22 сентября 2017 года в красивейшем месте Подмосковья – парк-отеле "Морозовка", расположенном в поселке Морозовка Солнечногорского района Московской области.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ НАПРАВЛЕНИЯ КОНФЕРЕНЦИИ

- Метрологические аспекты измерений параметров гетерогенных сред
- Дзета-потенциал
- Технологические и контролируемые среды
- Чистые помещения
- Природные дисперсные системы
- Измерение основных параметров атмосферы
- Аэроионметрия
- pH-метрия
- pX-метрия
- Удельная электропроводность воды
- Измерения параметров растворенных газов в жидких средах
- Измерения концентрации неорганических компонентов в водных растворах спектральными и гравиметрическим методом
- Современные приборы в физико-химических исследованиях

ФОРМЫ УЧАСТИЯ В КОНФЕРЕНЦИИ

- выступление с пленарным докладом;
- выступление с секционным докладом;
- представление стендового доклада;
- публикация описания экспоната (рекламного листа) в материалах конференции;
- демонстрация экспоната;
- участие в конференции (без доклада).



WWW.VNIIFTRI.RU

e-mail: mera@vniiftri.ru

тел./факс: +7 (495) 526 63 21 (доб. 90-62)

141570, Россия, Московская область, поселок Менделеево,
парк-отель "Морозовка"



ИНСТИТУТ ГЕОХИМИИ им. А.П. ВИНОГРАДОВА СИБИРСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

664033, г. Иркутск, ул. Фаворского 1а, <http://www.igc.irk.ru>

Всероссийская конференция с международным участием,
посвященная 60-летию Института геохимии СО РАН
и 100-летию со дня рождения Л.В. Таусона

«СОВРЕМЕННЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ РАЗВИТИЯ ГЕОХИМИИ»

All-Russian conference with international participation,
devoted to the 60th anniversary of the Institute of Geochemistry SB RAS
and the 100th anniversary of L.V. Tauson's birth

“MODERN AREAS FOR DEVELOPING GEOCHEMISTRY”

Дата проведения: 18–23 сентября 2017 года

Сопредседатели программного комитета:

Кузьмин Михаил Иванович – академик РАН, ИГХ СО РАН

Шацкий Владислав Станиславович – член-корреспондент РАН, ИГХ СО РАН

Конференция будет проведена по следующим научным направлениям:

- Эволюция магматизма в истории Земли и процессы мантийно-корового взаимодействия.
- Геохимия эндогенных процессов в различных геодинамических обстановках.
- Магматизм и рудообразование.
- Современные геохимические методы поисков и прогнозирования рудных месторождений.
- Геохимия окружающей среды и климатических изменений.
- Экспериментальное и физико-химическое моделирование природных и техногенных процессов, физическое материаловедение.
- Аналитические методы в геохимии.

В рамках конференции будет организована выставка «Современное аналитическое оборудование и методы исследования в геохимии».

Сайт конференции: <http://conf2017.igc.irk.ru/>

E-mail: igc2017conf@gmail.com

Канева Екатерина Владимировна – ученый секретарь конференции, канд. геол.-минерал. наук, ИГХ СО РАН

Хомутова Марина Юрьевна – зам. ученого секретаря по международным связям, ИГХ СО РАН



Измерения: состояние, перспективы развития

II Международная научно-практическая конференция

II International scientific and practical conference

Measurements: current state, development prospects

Дата проведения: 16–19 октября 2017 года

ОРГАНИЗАТОРЫ:

Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)

Южно-Уральская группа IEEE

Международная научно-практическая конференция «Измерения: состояние, перспективы развития» посвящена обсуждению современных достижений в области разработки, производства и применения средств измерений. Конференция организуется с целью обмена опытом, поддержки дискуссии и публикации результатов научно-исследовательских работ, обобщающих исследования в высших учебных заведениях, научно-исследовательских институтах, промышленных предприятиях, научно-производственных объединениях Российской Федерации, а также зарубежных авторов, и результатов исследований, выполненных по личной инициативе авторов.

Целью конференции является способствование информированию ученых и практиков о наиболее перспективных направлениях исследований и достижениях в области измерительной техники.

Тематические разделы конференции:

1. Метрологическое обеспечение средств измерений и измерительных систем.
2. Методы и алгоритмы обработки измерительной информации.
3. Новые методы и средства измерений.
4. Техническая диагностика и метрологический самоконтроль средств измерений и исполнительных устройств.
5. Динамические измерения.
6. Новые измерительные технологии в промышленности.

Рабочие языки конференции – русский и английский. Язык публикаций – английский.

Труды конференции будут изданы в виде **сборника трудов (полных статей)** конференции, публикуемом в цифровой библиотеке «IEEE Xplore» (издательство Institute of Electrical and Electronics Engineers). Издание индексируется наукометрической базой **Scopus**. Труды конференции будут распространены в электронном виде среди участников после окончания работы конференции.

Важные даты:

- последний срок приема докладов: **30 июня 2017 г.;**
- уведомление о включении докладов в программу: **до 1 августа 2017 г.;**
- дата проведения: **16–19 октября 2017 г.**

Место проведения: Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), г. Челябинск, пр-т Ленина, 76

Веб сайт: <http://uralcon.susu.ru>

E-mail: uralcon.rus@gmail.com

■ БИБЛИОТЕКА / LIBRARY

ОБЗОР ПУБЛИКАЦИЙ ПО СТАНДАРТНЫМ ОБРАЗЦАМ

OVERVIEW OF PUBLICATIONS ON REFERENCE MATERIALS

В этом разделе редакция журнала предлагает читателям познакомиться со статьями, связанными со стандартными образцами. Из каждого представленного журнала мы выбираем несколько статей, которые, на наш взгляд, могут быть интересны специалистам в области стандартных образцов. Из выпуска в выпуск мы будем размещать аннотации наиболее интересных, с нашей точки зрения, статей, опубликованных в российских и зарубежных журналах.

Со всеми аннотациями, размещенными в этом разделе, можно будет ознакомиться на портале Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов (<http://gsso.ru>).

Мы также предлагаем присылать подобные материалы – как для публикации в указанном разделе, так и для пополнения библиотеки портала. Описание материалов и краткие комментарии можно отправлять по адресу: taraeva@vniim.ru.

В этом выпуске представлена информация о статьях, опубликованных в 2016 году в трех профильных журналах: «Измерительная техника», «Метрология», «Заводская лаборатория. Диагностика материалов».

**Материал подготовили: И.Е. Добровинский,
Н.С. Тараева**

Журнал «ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА»

ISSN	0368–1025
Учредитель	Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы»
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://www.vniims.ru/izm-technika.html

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА

2016, № 8, с. 68–72

РАЗРАБОТКА АТТЕСТОВАННОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Собина Е.П.

Аннотация. Представлены результаты исследований по разработке стандартного образца нанопористого оксида алюминия. Проведена оценка метрологических характеристик стандартного образца.

Ключевые слова: нанопористый оксид алюминия, стандартный образец, государственный первичный эталон

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА

2016, № 12, с. 58–61

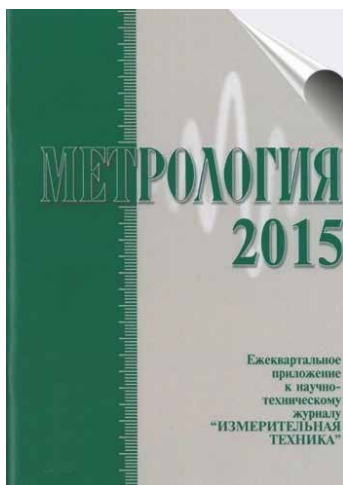
МЕТОДИКА ОБОСНОВАНИЯ ИДЕАЛИЗИРОВАННОЙ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ КОНТРОЛЯ ВЛАЖНОСТИ ЗЕРНА ДИЭЛЬКОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Ерошенко Г.П., Шаруев Н.К., Евстафьев Д.П.

Аннотация. Приведено обоснование идеализированной математической модели контроля влажности зерна диэлькометрическим методом, которая графически отображает электрофизические процессы в зерновках при воздействии электрического поля, а схемы замещения позволяют аналитически выразить связь влажности с электрическими параметрами зерна. Представлен анализ некоторых методик и средств эффективного использования диэлькометрического метода. Предложены варианты решения на примере разработки электротехнического устройства контроля влажности зерна с инструментальной погрешностью не менее 0,1 %.

Ключевые слова: диэлькометрия, контроль влажности зерна, модель, электротехническое устройство

Журнал «МЕТРОЛОГИЯ»



ISSN

Учредитель

0132–4713

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт
метрологической службы»

Страна

Периодичность

Официальный сайт

Россия

ежеквартально

<http://www.vniims.ru/izm-technika.html>

МЕТРОЛОГИЯ

2016, № 2, с. 15–26

ПРЕЦИЗИОННЫЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ ЯЧЕЙКИ. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ. Часть 2

Бегунов А.А.

Аннотация. Приведены результаты исследований основных параметров сорбента и оценки составляющих погрешности измерения массы сорбированной воды.

Ключевые слова: сорбция, ячейка, сорбент, порозность, плотность, активность, ангидрон, неопределенность

МЕТРОЛОГИЯ

2016, № 1, с. 52–64

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГЕТЕРОГЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Балабанов П.В., Мищенко С.В.

Аннотация. Проанализированы методы определения теплофизических свойств гетерогенных материалов. Проведено сравнение методов нагретой нити, лазерной вспышки, калориметрических, монотонного нагрева, стационарных, а также рассмотрены конструкции типовых измерительных ячеек для реализации этих методов.

Ключевые слова: сыпучие, волокнистые, пористые материалы, теплофизические свойства, пористость



МЕТРОЛОГИЯ

2016, № 2, с. 40–50

ПРОБЛЕМЫ БАЛАНСА В СОВРЕМЕННОЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ТЕРМИНОЛОГИИ

Кнорринг В.Г.

Аннотация. Проанализированы действующие и предшествующие им документы, касающиеся метрологической терминологии, с точки зрения обнаруженных в них противоположностей, которые должны быть уравновешены.

Ключевые слова: теория измерений, параметры модели объекта, шкала, истинное значение величины, неопределенность, преобразовательный элемент

МЕТРОЛОГИЯ

2016, № 2, с. 51–61

ТЕРМИНЫ И ИХ РАЗНОЧТЕНИЯ

Хасанов Т.Х.

Аннотация. Предложены пути решения или принятия соглашений о необходимости использования общих терминов для специалистов из смежных областей физики, где наблюдаются путаница и разночтения. Рассмотрены также такие термины, как измерение, экспериментальная и инструментальная погрешности, прямые и косвенные измерения. Доказано, что для косвенных измерений инструментальная погрешность зависит от модели исследуемой системы. Правомерность доказанной зависимости, предложенных нововведений и особенности косвенных измерений обоснованы на конкретных примерах, взятых, в частности, из эллипсо- и поляриметрии.

Ключевые слова: терминология, метрология, прямые и косвенные измерения, эллипсометрия, поляриметрия, инструментальная погрешность, экспериментальная погрешность, методическая погрешность, показатель преломления

МЕТРОЛОГИЯ

2016, № 3, с. 46–61

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРАВИЛЬНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ МАЛЫХ И УЛЬТРАМАЛЫХ СОДЕРЖАНИЙ КОМПОНЕНТОВ В ВЕЩЕСТВАХ, МАТЕРИАЛАХ И СРЕДАХ**Часть 1. СОСТОЯНИЕ ПРОБЛЕМЫ**

Шаевич Р.Б.

Аннотация. Количественное определение микрокомпонентов в веществах, материалах и средах осложнено большими систематическими погрешностями. Обсуждены традиционные методы и приёмы их учёта и уменьшения. Обоснована необходимость обеспечения приемлемой правильности результатов анализа в области малых и очень малых содержаний.

Ключевые слова: аттестованные стандартные образцы, количественный химический анализ, правильность результатов анализа, микрокомпоненты, среда

МЕТРОЛОГИЯ

2016, № 4, с. 43–57

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРАВИЛЬНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ МАЛЫХ И УЛЬТРАМАЛЫХ СОДЕРЖАНИЙ КОМПОНЕНТОВ В ВЕЩЕСТВАХ, МАТЕРИАЛАХ И СРЕДАХ**Часть 2. СПОСОБЫ РЕШЕНИЯ ПРОБЛЕМЫ**

Шаевич Р.Б.

Аннотация. Количественное определение микрокомпонентов осложнено большими систематическими погрешностями. Предложены способы, обеспечивающие приемлемую правильность (полноту исключения систематической погрешности) результатов измерений малых и ультрамалых содержаний компонентов в пробах веществ, материалов и сред, включая близкие к пределу обнаружения содержания.

Ключевые слова: стандартные образцы, количественный химический анализ, правильность результатов анализа, микрокомпоненты, среда

МЕТРОЛОГИЯ

2016, № 4, с. 29–36

ХРОМАТО-ДЕСОРБЦИОННЫЙ СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Платонов И.А., Колесниченко И.Н., Ланге П.К.

Аннотация. Изучены возможности использования хромато-десорбционных систем для приготовления градуировочных газовых смесей, содержащих микропримеси летучих предельных, ароматических и галогенсодержащих органических соединений. Рассмотрены различные способы приготовления градуировочных газовых смесей. Проведена сравнительная оценка предлагаемого способа и стандартизированных методик. Показано, что использование хромато-десорбционного способа позволяет повысить точность приготовления рассматриваемых градуировочных газовых смесей, а также снизить общую погрешность анализа образцов воздушных сред, в котором используются газовые смеси для градуировки газохроматографического оборудования.

Ключевые слова: хромато-десорбционные системы, сорбционное концентрирование, газовая экстракция, постоянные потоки газов, пробоподготовка, погрешность анализа

МЕТРОЛОГИЯ

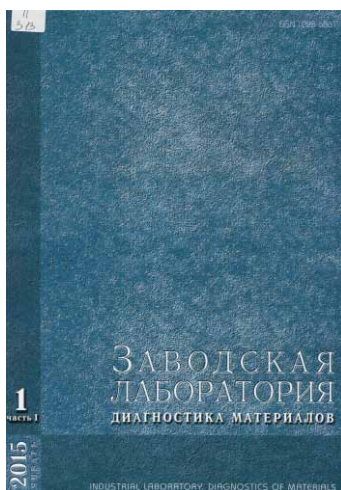
2016, № 4, с. 37–42

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ ВЛАЖНОСТИ МЕТОДОМ СВЕРХВЫСОКОЧАСТОТНОЙ ВЛАГОМЕТРИИ ТВЕРДЫХ, СЫПУЧИХ И ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

Усманова Х.А., Исмагуллаев П.Р.

Аннотация. Рассмотрены сверхвысокочастотный метод и прибор на его основе для контроля влажности твердых, сыпучих и волокнистых материалов. Предложена поверочная схема для сверхвысокочастотных влагомеров хлопка-сырца и хлопковых материалов.

Ключевые слова: сверхвысокочастотная влагометрия, единство измерений, поверка, влажность, градуировка, испытание

Журнал «ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ»

ISSN	1028–6861
Учредитель	Издательство «Тест-эл»
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	www.zldm.ru

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 2, с. 20–23

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОДЕИНА В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТАХ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ ДИФFUЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ

Немихин В.В., Качин С.В., Метелица С.И., Лосев В.Н., Сагалаков С.А., Шахворостова Т.С.

Аннотация. Разработана методика определения кодеина (25–1000 мкг/мл) методом спектроскопии диффузного отражения применительно к кодеинсодержащим лекарственным препаратам с предварительным ТСХ-отделением сопутствующих компо-

нентов. Рассчитанный предел обнаружения составляет 9 мкг/мл, а относительное стандартное отклонение не превышает 0,05. Методика успешно апробирована при определении кодеина в образцах препаратов «Седаьгин НЕО», «Пенталгин-Н», «Пенталгин Плюс». Полученные результаты определения кодеина в данных препаратах позволяют рекомендовать разработанную методику для использования в практике экспертных учреждений.

Ключевые слова: кодеин, codeine, определение, determination, спектроскопия диффузного отражения, diffuse reflection spectroscopy, лекарственные препараты, drugs

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 2, с. 23–27

ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОЕ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В МОНОГЕРМАНЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ АДсорбЦИОННОЙ КАПИЛЛЯРНОЙ КОЛОНКИ С УГЛЕРОДНЫМ СОРБЕНТОМ

Крылов В.А., Чернова О.Ю., Созин А.Ю.

Аннотация. Показано, что применение кварцевой капиллярной колонки с углеродным адсорбентом позволяет эффективно разделять и определять в моногермане примеси постоянных газов, диоксида углерода, закиси азота, углеводородов C1–C2 и силана. Изучено влияние объема вводимой пробы моногермана на определение этана и углекислого газа. Пределы хромато-масс-спектрометрического обнаружения примесей составили $(10-1) \times 10^6$ % мол. Предел обнаружения лимитирующей примеси – этана – удалось снизить в 7 раз по сравнению с литературными данными.

Ключевые слова: моногерман высокой чистоты, monogermene of highpurity, адсорбционная капиллярная колонка, adsorption capillary column, примеси, impurities, предел обнаружения, detection limit, правильность, correctness, хромато-масс-спектрометрия, gas chromatography / mass spectrometry

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 3, с. 24–28

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ МЕТОДОМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Максимчук И.О., Слепченко Г.Б.

Аннотация. Разработан способ определения молочной кислоты методом инверсионной вольтамперометрии на ртутно-пленочном и модифицированном стеклоуглеродном электродах. Выбраны условия определения, изучено влияние отсутствующих гидроксикарбоновых кислот на аналитический сигнал молочной кислоты. Предложенный способ применен для определения молочной кислоты в ветеринарных препаратах на ртутно-пленочном электроде, правильность результатов анализа подтверждена методом «введено – найдено». Диапазон определяемых концентраций составляет от 2 до 100 г/дм³.

Ключевые слова: молочная кислота, lacticacid, вольтамперометрия, voltammetry, стеклоуглеродный электрод, glassycarbon electrode, ртутно-пленочный электрод, mercury film electrode, модификатор, modifier, ветеринарные препараты, veterinary preparations, методика определения, method of determination

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 3, с. 29–35

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ СОСТАВА ТОНКИХ ПОКРЫТИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ

Нарцев В.М., Аткарская А.Б.

Аннотация. Получены базовые уравнения метода фундаментальных параметров для рентгенофлуоресцентного анализа тонких покрытий, учитывающих прямое возбуждение и вторичную флуоресценцию. Включение в формулы вторичной флуоресценции особенно важно, если излучение от атомов покрытия (или подложки) может возбуждать атомы подложки (или покрытия). Установлено, что для подложек, содержащих тяжелые элементы, необходимо учитывать их толщину и для вторичной флуоресценции нельзя использовать полное аналитическое выражение интегралов, а необходимо прибегать к численному расчету по углу. Представлены источники справочных данных для коэффициентов массового поглощения и фотопоглощения, вероятностей электронных переходов и флуоресценции, используемых в формулах. Предложены алгоритм определения состава таких покрытий на рентгенофлуоресцентных спектрометрах, настроенных под анализ массивных (без покрытия) образцов, и способы повышения точности расчета.

Ключевые слова: рентгеновская флуоресценция, x-ray fluorescence, покрытия, химический состав, chemical composition, алгоритм расчета, algorithm of calculation, thin films

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 5, с. 70–75

ПРОВЕРКА НОРМАЛЬНОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И НЕЗАВИСИМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА МЕТОДОМ ЯМР И ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ ПРИ НЕПОЛНОМ РАЗРЕШЕНИИ СИГНАЛОВ И ИХ ШИРОКИХ ГРУПП

Смирнов М.Б.

Аннотация. Показано, что в ЯМР ^1H высокого разрешения для широких групп сигналов при низком уровне шума вне зависимости от того, перекрываются они между собой или нет, последовательные измерения, выполняемые в течение небольших промежутков времени, не являются независимыми. Получение пригодного для статистической обработки материала требует регистрации спектров с интервалом более 1 ч. Для перекрывающихся групп сигналов только распределения ошибок измерения $\text{H}\beta$ и $\text{H}\gamma$ не противоречат гипотезе об их нормальности. Для прочих величин и для ошибки измерения интегральной интенсивности узкого сигнала, выделяемого на фоне «горба», гипотеза о нормальности распределения отвергается на уровне значимости менее 0,01.

Ключевые слова: NMR ^1H , distribution of the measurement errors, independence of the measurements, oil, ЯМР ^1H , распределение ошибок измерения, независимость измерений, нефть

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 9, с. 12–16

РАЗРАБОТКА МЕТОДИК АНАЛИЗА И СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПАЛЛАДИЕВО-ВОЛЬФРАМОВЫХ СПЛАВОВ

Лисиенко М.Д., Луцак А.К., Анчутина Е.А., Кострикова Т.П., Моричева Н.А., Мазалецкий А.Г.

Аннотация. Производство продукции из палладиево-вольфрамовых сплавов в АО «ЕЗ ОЦМ» определяет необходимость контроля их химического состава. На протяжении длительного времени палладий в палладиево-вольфрамовых сплавах определяли методом обратного комплексонометрического титрования с визуальной индикацией точки эквивалентности. Недостатки этой методики определили необходимость разработки новых методик анализа палладиево-вольфрамовых сплавов, основанных на инструментальных методах, и стандартных образцов для их метрологического обеспечения. В центральной аналитической лаборатории АО «ЕЗ ОЦМ» разработаны стандартные образцы состава палладиево-вольфрамовых сплавов для контроля точности методик анализа и градуировки. Разработаны, аттестованы и внедрены современные методики анализа проб палладиево-вольфрамовых сплавов, основанные на титриметрическом и рентгенофлуоресцентном методах анализа.

Ключевые слова: палладиево-вольфрамовые сплавы, комплексонометрическое титрование, стандартные образцы, рентгенофлуоресцентный анализ, показатели точности

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 11, с. 5–10

ОСНОВНОЙ ИСТОЧНИК СЛУЧАЙНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ ПОГРЕШНОСТЕЙ ПЛОЩАДЕЙ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ПИКОВ И ЕГО КОМПЕНСАЦИЯ

Зенкевич И.Г., Прокофьев Д.В.

Аннотация. Разброс площадей хроматографических пиков – основной источник случайной составляющей погрешностей количественного хроматографического анализа. Разброс обусловлен действием нескольких факторов, главным из которых часто являются неконтролируемые частичные потери проб при их дозировании в хроматографическую колонку. Показано, однако, что площади пиков разных компонентов (включая растворитель) одних и тех же образцов коррелируют между собой. Этот факт определяет возможность замены абсолютных площадей пиков определяемых компонентов их отношениями к площадям пиков дополнительных (отличаются от внутренних) стандартов. В качестве таких стандартов, на химическую природу которых принципиально нет ограничений, можно использовать содержащиеся в образцах растворители. Возможности рассматриваемой модификации определения продемонстрированы на примере метода внешнего стандарта. Аналогичный подход может быть реализован в методах стандартной добавки и абсолютной градуировки. В зависимости от разброса экспериментально определяемых площадей пиков степень неопределенности результатов (отношение коэффициентов вариации абсолютных и относительных площадей пиков) уменьшается в 5–30 раз.

Ключевые слова: количественный хроматографический анализ, случайная составляющая погрешностей определения, дополнительные стандарты, растворитель как дополнительный стандарт



ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 11, с. 11–16

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХОЛЕСТЕРИНА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дёрина К.В., Короткова Е.И., Дорожко Е.В., Воронова О.А., Чулкова И.В.

Аннотация. Исследовано электрохимическое поведение холестерина на химически одифицированном углеродсодержащем электроде (ХМЭ). Показано влияние водородного показателя среды и скорости развертки потенциала на сигнал анодного окисления холестерина. Подобраны рабочие условия его вольтамперометрического определения в модельных средах: pH 6,86, $v = 40$ мВ/с. Линейная зависимость тока электроокисления холестерина при потенциале +1,06 В от его концентрации наблюдалась в интервале 0,1–50 мкмоль/дм³ (предел обнаружения – 0,07 мкмоль/дм³). Проведено сравнительное определение холестерина в продуктах питания вольтамперометрическим и спектрофотометрическим методами.

Ключевые слова: холестерин, модификатор, бициклические бисмочевины, вольтамперометрия, спектрофотометрия, продукты питания

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 11, с. 32–36

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ МЕТОДАМИ СТАТИЧЕСКОГО ЛАЗЕРНОГО РАССЕЯНИЯ И ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ

Миронов Р.А., Забейайлов М.О., Якушкина В.С., Русин М.Ю.

Аннотация. Определены условия диспергирования порошка диоксида циркония с добавкой 3 % мол. оксида иттрия. Гранулометрический состав порошка определяли методами статического лазерного рассеяния и оптической микроскопии. Методом электрофореза с титрованием измеряли зависимость величины дзета-потенциала суспензии частиц диоксида циркония от pH среды. Исследовано влияние показателя кислотности на стабильность суспензии в процессе измерения. Показано, что стабильная суспензия может быть получена смещением pH среды диспергирования как в область «кислых», так и «щелочных» значений, а также добавлением поверхностно-активных веществ, например, Dolapix CE 64.

Ключевые слова: метод статического лазерного рассеяния, изоэлектрическая точка диоксида циркония, гранулометрический анализ, стабилизация суспензий

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

2016, т. 82, № 12, с. 66–70

ОТДЕЛЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ ЕВРОПЕЙСКОЙ АССОЦИАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ И МОЛЕКУЛЯРНЫХ НАУК И УЧАСТИЕ РОССИЙСКИХ УЧЕНЫХ В ЕГО РАБОТЕ

Спиваков Б.Я., Штыков С.Н.

Аннотация. В статье описаны образование, структура и развитие Европейской ассоциации химических и молекулярных наук, а также создание и развитие Отделения аналитической химии в рамках этой организации. Подробно рассмотрены различные направления деятельности отделения, оценен вклад ученых-аналитиков разных стран в решение поставленных перед отделением задач. Особое внимание уделено регулярно проводимым конференциям серии «Евроанализ», анализ итогов последней из них (Бордо, 2015 г.) позволил определить основные тенденции развития аналитической химии в Европе.

Ключевые слова: аналитическая химия, европейская ассоциация химических и молекулярных наук, «Евроанализ», европейский химический конгресс

■ ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF REFERENCE MATERIALS OF APPROVED TYPE

Агишева С.Т.

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

Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов (Госреестр СО) является разделом Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений «Сведения об утвержденных типах стандартных образцов» и предназначен для регистрации стандартных образцов, типы которых утверждены Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт). Порядок ведения Госреестра СО и регистрации утвержденных типов стандартных образцов (ГСО) изложен в ПР 50.2.020–2007 «ГСИ. Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов. Порядок ведения».

Цели ведения Госреестра СО:

- учет и регистрация в установленном порядке стандартных образцов утвержденных типов, предназначенных для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, а также стандартных образцов, не предназначенных для применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, утвержденных по представлению юридических лиц в добровольном порядке;
- создание централизованного фонда документов Госреестра СО, информационных данных о стандартных образцах, допущенных к выпуску и применению на территории Российской Федерации, изготовителях стандартных образцов, испытательных центрах стандартных образцов;
- учет выданных свидетельств об утверждении типов стандартных образцов;
- организация информационного обслуживания заинтересованных юридических и физических лиц, в том числе посредством ведения раздела Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений «Сведения об утвержденных типах стандартных образцов».

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

DATA ON NEW REFERENCE MATERIALS APPROVED IN 2017

В этом разделе продолжается публикация сведений о стандартных образцах, утвержденных Росстандартом в соответствии с «Административным регламентом по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений», утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 25 июня 2013 г. № 970, и зарегистрированных в Госреестре СО. Сведения об утвержденных типах стандартных образцов представлены также в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (www.gost.ru; <http://fundmetrology.ru/default.aspx>). Дополнительная информация на СО может быть получена по запросу, отправленному на e-mail: uniim@uniim.ru, gsso@gsso.ru или факс: 8 (343) 355-31-71.

ГСО 10870-2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ СЕРОСОДЕРЖАЩИХ СОЕДИНЕНИЙ (СС-Ю-0)

СО предназначен для передачи единицы молярной доли утвержденного типа стандартным образцам 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь серосодержащих соединений, а также инертных газов и углеводородных компонентов в баллонах под давлением. Типы применяемых баллонов (в зависимости от компонентов и их содержаний в газовой смеси): баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; баллоны из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–72; баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1411–016–03455343–2004; баллоны бесшовные из алюминиевого сплава АА6061 (типа Luxfer и др.). Баллоны должны быть оборудованы запорными вентилями из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, ВС-16М или их аналогами. Вместимость баллонов – от 1 дм³ до 10 дм³. Давление в баллонах – от 0,1 МПа до 15 МПа (в зависимости от типа баллона и приготавливаемой газовой смеси).

ГСО 10871-2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ УГЛЕВОДОРОДНЫХ ГАЗОВ (УГ-Ю-0)

СО предназначен для передачи единицы молярной доли утвержденного типа стандартным образцам 1-го и 2-го разрядов; поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – контроль технологических процессов, атмосферного воздуха и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь углеводородных газов, а также инертных и постоянных газов и серосодержащих соединений в баллонах под давлением. Типы применяемых баллонов (в зависимости от компонентов и их содержаний в газовой смеси): баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; баллоны из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–72; баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1411–016–03455343–2004; баллоны бесшовные из алюминиевого сплава АА6061. Баллоны должны быть оборудованы запорными вентилями из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, ВС-16М или их аналогами. Вместимость баллонов – от 1 дм³ до 10 дм³. Давление в баллонах – от 0,1 МПа до 15 МПа (в зависимости от типа баллона и приготавливаемой газовой смеси).

ГСО 10872-2017 СО ТЕМПЕРАТУРНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ЛИНЕЙНОГО РАСШИРЕНИЯ (СО ТКЛР-АКП-1ПК-001)

СО предназначен для поверки, калибровки и определения корректировочных значений для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения.

Область применения – контроль соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – температурный коэффициент линейного расширения, К⁻¹.

СО представляет собой цилиндр высотой (40,00 ± 0,05) мм и диаметром (4,0 ± 0,1) мм при 20 °С. Непараллельность рабочих поверхностей СО составляет 0,02 мм. Чистота обработки рабочих поверхностей $R_z = 0,63$ мкм. Частота обработки боковой поверхности $R_z = 2,5$ мкм. Неперпендикулярность рабочих поверхностей относительно центральной оси образца – 0,02. СО изготавливают из материала АКП-1ПК по ТУ ЕФИТ.400127.001 «Композиционный алюминиевый материал АКП-1ПК. Заготовки».

ГСО 10873–2017 СО ТЕМПЕРАТУРНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ЛИНЕЙНОГО РАСШИРЕНИЯ (СО ТКЛР-АКП-1ПК-003)

СО предназначен для поверки, калибровки и определения корректировочных значений для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения.

Область применения – контроль соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – температурный коэффициент линейного расширения, K^{-1} .

СО представляет собой цилиндр высотой $(40,00 \pm 0,05)$ мм и диаметром $(4,0 \pm 0,1)$ мм при 20 °С. Непараллельность рабочих поверхностей СО составляет 0,02 мм. Чистота обработки рабочих поверхностей $R_z = 0,63$ мкм. Частота обработки боковой поверхности $R_z = 2,5$ мкм. Неперпендикулярность рабочих поверхностей относительно центральной оси образца – 0,02. СО изготавливают из материала АКП-1ПК по ТУ ЕФИТ.400127.001 «Композиционный алюминиевый материал АКП-1ПК. Заготовки».

ГСО 10874–2017 СО СМАЗЫВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА (СО ССДТ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений смазывающей способности дизельного топлива по ГОСТ Р ИСО 12156–1–2006, ГОСТ ISO 12156–1–2012, EN ISO 12156 и ASTM D 6079.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая промышленности.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – скорректированный диаметр пятна износа WS 1,4, мкм.

Материал СО представляет собой дизельное топливо по ГОСТ 305–2013 марки Л, разлитое в стеклянные флаконы вместимостью 30 см³, закрытые полиэтиленовой пробкой и завинчивающейся крышкой. Объем материала СО во флаконе составляет 30 см³.

ГСО 10875–2017 СО СОСТАВА СПЛАВА АЛЮМИНИЕВОГО Д16

СО предназначен для аттестации методик (методов) измерений химического состава сплава алюминиевого Д16 и аналогичных по химическому составу сплавов,

контроля точности измерений химического состава сплава алюминиевого Д16 и аналогичных по химическому составу сплавов, калибровки и поверки средств измерений.

Область применения – авиационная промышленность, металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО представляет собой сплав алюминиевый Д16. СО изготовлен в виде цилиндра диаметром 40 мм, высотой 30 мм.

ГСО 10876–2017/ГСО 10878–2017 СО СОСТАВА УГЛЯ И КОКСА (набор УГ-68 СО ЛЕКО)

СО предназначены для калибровки, градуировки, поверки и испытаний средств измерений состава углей и кокса, в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений массовых долей серы, углерода, водорода, азота, золы и выхода летучих веществ в углях и коксе.

Область применения – угольная промышленность, энергетическая промышленность и другие области промышленности.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин; применение аттестованных методик измерений; межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %; выход летучих веществ, %.

Материалом СО являются калибровочные образцы ЛЕКО серии 68 (LECO 502–680, LECO 502–681, LECO 502–683), представляющие собой порошки угля и кокса, расфасованные по 50 г в банки из темного стекла с закрывающимися крышками, помещенными в картонную упаковку. В набор УГ-68 СО ЛЕКО входят 3 СО с индексами: УГ-680 СО ЛЕКО, УГ-681 СО ЛЕКО, УГ-683 СО ЛЕКО.

ГСО 10879–2017 СО СОСТАВА ЛАТУНИ МАРКИ Л96 (комплект VSLT1)

СО предназначены для градуировки средств измерений, аттестации методик измерений, применяемых при определении состава латуни марки Л96 (ГОСТ 15527–2004) спектральными и химическими методами. СО могут быть использованы при поверке средств измерений, испытаниях средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа, при контроле точности результатов измерений при условии соответствия их метрологических

и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки средств измерений, программах испытаний и методиках измерений.

Область применения – металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО изготовлен методом плавления из меди марки М00 (ГОСТ 859–2014) с массовой долей меди не менее 99,99 % и цинка марки Ц0 (ГОСТ 3640–94) с массовой долей цинка не менее 99,97 % с введением примесей в виде двойных лигатур на основе меди. СО представляют собой цилиндры диаметром (45 ± 2) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в пластмассовую тару, на которую наклеена этикетка. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. СО в виде стружки расфасованы в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество образцов в комплекте – 6.

ГСО 10880–2017 СО ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛОТНОСТИ, ТОЛЩИНЫ И ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОКРЫТИЯ СПЛАВОМ НИКЕЛЬ-ЖЕЛЕЗО НА КРЕМНИИ (комплект ППТМД–НЖ/Кр)

СО предназначены для испытаний, поверки, калибровки и градуировки средств измерений поверхностной плотности и толщины покрытий и средств измерений химического состава железоникелевых покрытий.

Область применения – нанотехнологии, радиоэлектронная промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля железа, %; массовая доля никеля в покрытии, %; поверхностная плотность, г/м^2 ; толщина покрытия, нм.

СО представляет собой круглую пластину из монокристаллического термоокисленного кремния диаметром $(60,0 \pm 0,5)$ мм и толщиной $(0,3 \pm 0,1)$ мм. На пластину методом высокочастотного ионно-плазменного магнетронного распыления нанесено покрытие сплавом никель-железо. На каждый СО с обратной стороны рабочей поверхности нанесена этикетка, на которой указано сокращенное наименование материала покрытия и основания СО, а также индекс образца в комплекте. Образцы, входящие в комплект, помещены в футляр с гнездами, который обеспечивает сохранность и надежную фиксацию при транспортировании и хранении. Комплект состоит из 3 СО.

ГСО 10881–2017 СО СУБСТАНЦИИ БУСЕРЕЛИНА АЦЕТАТА

СО предназначен для градуировки средств измерений, валидации, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли бусерелина в субстанции Бусерелина ацетата и в фармацевтических препаратах, в состав которых входит бусерелин. СО может быть использован для поверки, калибровки средств измерений, испытаний средств измерений в целях утверждения типа при условии его соответствия требованиям методики поверки, калибровки, программ испытаний средств измерений, соответственно.

Область применения – фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля бусерелина в субстанции Бусерелина ацетата, %.

СО представляет собой белый или белый с желтоватым оттенком цвета порошок субстанции Бусерелина ацетата без запаха или со слабым запахом кислоты уксусной: 5-Оксо-L-пролил-L-гистидил-L-триптофил-L-серил-L-тирозил-O-(1,1-диметилэтил)-D-серил-L-лейцил-L-аргинил-L-пролил-N-этиламид ацетат, расфасованный не менее чем по 0,05 г во флаконы темного стекла вместимостью 10 мл по ГОСТ 53416–2009 или ГОСТ Р ИСО 10993–2011, герметично закупоренные пробками из резины 52–599/1 по ТУ 38.106618–95 или импортными по ГОСТ Р ИСО 10993–2011 или по ИСО 8362, закрытые алюминиево-пластиковым колпачками по ГОСТ Р ИСО 10993–2011, ГОСТ Р 51314–99 или ИСО 8362.

ГСО 10882–2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В АЗОТЕ (N_2 -КМ-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также для контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, металлургическая и угольная промышленности, при контроле технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в азоте в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – оксид углерода (СО), диоксид углерода (СО₂), метан (СН₄), кислород (О₂), пропан (С₃Н₈).

Типы применяемых баллонов (в зависимости от компонентов и их содержаний в газовой смеси): баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; баллоны из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитные баллоны; баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1411–016–03455343–2004, ТУ 1412–017–03455343–2004 или ТУ 1411–001–20810646–2015; баллоны бесшовные из алюминиевого сплава АА6061 типа Luxfer.

Баллоны должны быть оборудованы запорными латунными мембранными вентилями: типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, КВБ-53М, КВ-1П или их аналогами для негорючих смесей; типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; типа ВК-94, ВК-86, КВ-1П для смесей, содержащих более 21 % О₂.

Допускается по согласованию с потребителем на баллоны с горючими газами устанавливать вентили типа ВБМ-1, КВБ-53-М или их аналоги. Вместимость баллонов – от 1 дм³ до 40 дм³. Давление в баллонах – от 7 МПа до 15 МПа (в зависимости от типа баллона).

ГСО 10883-2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В АЗОТЕ (N₂-KM-2)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также для контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, металлургическая и угольная промышленности, при контроле технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в азоте в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – оксид углерода (СО), диоксид углерода (СО₂), метан (СН₄), кислород (О₂), пропан (С₃Н₈).

Типы применяемых баллонов (в зависимости от компонентов и их содержаний в газовой смеси): баллоны из

углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; баллоны из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитные баллоны; баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1411–016–03455343–2004, ТУ 1412–017–03455343–2004 или ТУ 1411–001–20810646–2015; баллоны бесшовные из алюминиевого сплава АА6061 типа Luxfer.

Баллоны должны быть оборудованы запорными латунными мембранными вентилями: типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, КВБ-53М, КВ-1П или их аналогами для негорючих смесей; типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; типа ВК-94, ВК-86, КВ-1П для смесей, содержащих более 21 % О₂.

Допускается по согласованию с потребителем на баллоны с горючими газами устанавливать вентили типа ВБМ-1, КВБ-53-М или их аналоги. Вместимость баллонов – от 1 дм³ до 40 дм³. Давление в баллонах – от 7 МПа до 15 МПа (в зависимости от типа баллона).

ГСО 10884-2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ВОЗДУХЕ (Air-KM-1)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также для контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, металлургическая и угольная промышленности, при контроле технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе воздухе в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – оксид углерода (СО), диоксид углерода (СО₂), метан (СН₄), пропан (С₃Н₈).

Типы применяемых баллонов (в зависимости от компонентов и их содержаний в газовой смеси): баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; баллоны из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитные баллоны; баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1411–016–03455343–2004, ТУ 1412–017–03455343–2004 или ТУ 1411–001–20810646–2015; баллоны бесшовные из алюминиевого сплава АА6061 типа Luxfer.

Баллоны должны быть оборудованы запорными латунными мембранными вентилями: типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, KB5-53М, KB-1П или их аналогами для негорючих смесей; типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; типа ВК-94, ВК-86, KB-1П для смесей, содержащих более 21 % O_2 .

Допускается по согласованию с потребителем на баллоны с горючими газами устанавливать вентили типа ВБМ-1, KB5-53-М или их аналоги. Вместимость баллонов – от 1 дм³ до 40 дм³. Давление в баллонах – от 7 МПа до 15 МПа (в зависимости от типа баллона).

ГСО 10885-2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ВОЗДУХЕ (Air-KM-2)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также для контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, металлургическая и угольная промышленности, при контроле технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе-разбавителе воздухе в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – оксид углерода (СО), диоксид углерода (СО₂), метан (СН₄), пропан (С₃Н₈).

Типы применяемых баллонов (в зависимости от компонентов и их содержаний в газовой смеси): баллоны из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; баллоны из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитные баллоны; баллоны из алюминиевого сплава по ТУ 1411–016–03455343–2004, ТУ 1412–017–03455343–2004 или ТУ 1411–001–20810646–2015; баллоны бесшовные из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer.

Баллоны должны быть оборудованы запорными латунными мембранными вентилями: типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, KB5-53М, KB-1П или их аналогами для негорючих смесей; типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; типа ВК-94, ВК-86, KB-1П для смесей, содержащих более 21 % O_2 .

Допускается по согласованию с потребителем на баллоны с горючими газами устанавливать вентили типа ВБМ-1,

KB5-53-М или их аналоги. Вместимость баллонов – от 1 дм³ до 40 дм³. Давление в баллонах – от 7 МПа до 15 МПа (в зависимости от типа баллона).

ГСО 10886-2017 СО СОСТАВА ЭНРОФЛОКСАЦИНА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли энрофлоксацина в лекарственных средствах, в состав которых входит энрофлоксацин. СО может использоваться для градуировки, калибровки средств измерений при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик градуировки, калибровки средств измерений; аттестации методик измерений массовой доли энрофлоксацина в продуктах питания и продовольственном сырье, кормах для животных, объектах окружающей среды и контроля точности результатов измерений с применением метода добавок; определения чувствительности патогенных микроорганизмов к энрофлоксацину; определения подлинности энрофлоксацина в лекарственных средствах.

Область применения – фармацевтическая промышленность, ветеринария, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора), пищевая промышленность, научные исследования, санитарно-эпидемиологический надзор.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля энрофлоксацина, %.

Материал СО представляет собой гигроскопичный порошок субстанции энрофлоксацина от белого до светложелтого цвета; материал расфасован по (50 ± 10) мг в запаянные стеклянные ампулы.

ГСО 10887-2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЫРОЙ КЛЕЙКОВИНЫ В ЗЕРНЕ

СО предназначен для испытаний средств измерений в целях утверждения типа, аттестации методик измерений, а также для контроля точности результатов измерений массовой доли сырой клейковины. СО может быть использован для поверки, калибровки средств измерений состава зерна и продуктов его переработки при условии соответствия метрологических характеристик требованиям методики поверки, методики калибровки.

Область применения – зерноперерабатывающая, пивоваренная, комбикормовая промышленности, сельское хозяйство, приборостроение.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля сырой клейковины, %.

СО представляет собой зерно пшеницы по ГОСТ Р 52554–2006 или семена пшеницы по ГОСТ Р 52325–2005, расфасованные в герметичные полиэтиленовые пакеты массой от 200 г до 700 г, соответствующей массе пробы зерна, измеряемой на анализаторе состава или указанной в методике измерений.

ГСО 10888-2017 СО СОСТАВА КОНЦЕНТРАТА МЕДНОГО РУДЫ МЕДНО-ЦИНКОВОЙ (КМ-РМЦ)

СО предназначен для аттестации методик измерений; контроля точности результатов измерений массовых долей меди, золота и серебра в концентрате медного руды медно-цинковой титриметрическим, пробирным, атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой и атомно-абсорбционным методами; градуировки средств измерений, совместно с другими стандартными образцами состава концентрата медного руды медно-цинковой, при соответствии условиям градуировки.

Область применения – металлургия, геология, научные исследования.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля меди, %; массовая доля золота, млн^{-1} (г/т); массовая доля серебра, млн^{-1} (г/т).

СО представляет собой порошок концентрата медного крупностью не более 0,074 мм, полученного при обогащении медно-цинковых руд Учалинского, Узельгинского, Молодежного и Талганского месторождений, расфасованный по 500 г в полиэтиленовую банку с плотно закрывающейся крышкой.

ГСО 10889-2017 СО СОСТАВА ПРИРОДНОГО ГАЗА МАГИСТРАЛЬНОГО (ПГМ-7-ГТГСРБ)

СО предназначен для поверки и градуировки средств измерений, применяемых при определении компонентного состава природных (попутных) газов, в том числе при их сертификации; для контроля точности методик измерений.

Область применения – газовая и химическая промышленность.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой многокомпонентную газовую смесь – образец природного газа, отбираемый непосредственно из магистральных газопроводов в баллоны. Отбор осуществляется в соответствии с ТУ 0271–045–02566450–2014. Перечень определяемых компонентов отобранного природного газа магистрального приведен в табл. 1.

Применяемые баллоны: алюминиевые баллоны по ТУ 1411–016–03455343–2004, ТУ 141–017–03455343–2004, ТУ 1411–001–20810646–2015; металлокомпозитные баллоны по ТУ 7551–002–23204567–01, ТУ 7551–003–23204567–01, ТУ 7551–004–23204567–01, ТУ 2296–010–13833523–07, снабженные двумя вентилями для горючих газов. Материал вентиля – латунь или нержавеющая сталь. Тип вентилей: ВЛ-16Л, ВС-16Л, ВВ-55, ВВ-88, ВВБ-54 или другие с аналогичными характеристиками. Вместимость баллонов – от 1 дм^3 до 40 дм^3 . Газовая смесь находится под давлением от 2 МПа до 10 МПа.

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ, СРОК ДЕЙСТВИЯ СВИДЕТЕЛЬСТВ КОТОРЫХ ПРОДЛЕН

DATA ON REFERENCE MATERIALS OF APPROVED TYPE THE PERIOD OF VALIDITY OF WHICH HAS BEEN EXTENDED

Процедура продления срока действия свидетельств об утверждении типов стандартных образцов осуществляется Росстандартом на основании заявок, поступающих от изготовителей стандартных образцов, держателей свидетельств об утверждении типов стандартных образцов. По результатам рассмотрения указанных заявок принимают решение, оформленное в виде приказа Росстандарта «О продлении срока действия свидетельств об утверждении типов стандартных образцов».

В случае принятия положительного решения по продлению срока действия свидетельств изготовителям выдают свидетельства об утверждении типов стандартных образцов нового срока действия. Для стандартных образцов, форма выпуска которых серийное производство, срок действия свидетельств продлевают на последующие пять лет. Для стандартных образцов, выпущенных единичными партиями, устанавливают срок действия свидетельств, соответствующий сроку годности экземпляров стандартных образцов.

Стандартные образцы, срок действия свидетельств об утверждении типов которых продлен в 2017 году, представлен в табл. 1.

Таблица 1. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен в 2017 году

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
<i>Приказ Росстандарта от 17 февраля 2017 г. № 263</i>		
ГСО 8690–2005	СО испаряемости моторных масел по методу Ноака (ИМН)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 17 февраля 2017 г. № 264</i>		
ГСО 9382–2009	СО удельной электрической проводимости авиационных топлив (УЭП АТ-1)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 1 марта 2017 г. № 408</i>		
ГСО 6541–92	СО массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 1 марта 2017 г. № 409</i>		
ГСО 8048–94	СО химического и биологического потребления кислорода в воде	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 9 марта 2017 г. № 462</i>		
ГСО 7110–94	СО состава раствора ионов железа (II)	серийное
ГСО 7279–96	СО состава раствора сульфат-ионов	серийное
ГСО 7280–96	СО состава раствора хлорид-ионов	серийное
ГСО 7282–96	СО состава раствора нитрит-ионов	серийное
ГСО 7283–96	СО состава раствора анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 9 марта 2017г. № 463</i>		
ГСО 10136–2012	СО состава анодов никелевых черновых (АНБ-1)	единичное
<i>Приказ Росстандарта от 9 марта 2017г. № 464</i>		
ГСО 1499–87П	СО концентрата марганцеворудного (Р13)	серийное
ГСО 3033–91П	СО сплава на никелевой основе типа ХН77ТЮРУ (Н16)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
ГСО 4464–91П	СО стали углеродистой типа 20 (У15)	серийное
ГСО 4506–92П/ 4510–92П	СО сталей легированных типов 12Х18Н9Т, 12Х18Н10Т, 17Х18Н9, 12Х18Н12Т (комплект СО ЛГ32 – ЛГ36)	серийное
ГСО 7986–2002	СО стали легированной типа 35ГС (С58)	серийное
ГСО 8850–2006	СО концентрата ильменитового (Р31)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 21 марта 2017 г. № 584</i>		
ГСО 10111–2012	СО массовой доли глицерина в водном растворе (комплект СТГ 1 – СТГ 5)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 21 марта 2017 г. № 585</i>		
ГСО 7117–94	СО содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице	серийное
ГСО 7281–96	СО состава раствора нитрат-ионов	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 24 марта 2017 г. № 634</i>		
ГСО 8122–2002	СО состава раствора гистамина дигидрохлорида	серийное
ГСО 8877–2007	СО массовой доли воды в нефти (МВ-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8878–2007	СО массовой доли механических примесей в нефти (МП-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8879–2007	СО массовой концентрации хлористых солей в нефти (ХС-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8880–2007	СО массовой доли серы в нефти (С-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8881–2007	СО вязкости нефти (В-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8882–2007	СО плотности нефти (П-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8883–2007	СО давления насыщенных паров нефти (ДНП-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8884–2007	СО массовой доли хлорорганических соединений в нефти (ХОС-ТЦСМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 12 апреля 2017г. № 754</i>		
ГСО 9312–2009	СО массовой концентрации свинца в бензинах (КСБ-2)	серийное
ГСО 9313–2009	СО массовой концентрации свинца в бензинах (КСБ-3)	серийное
ГСО 9314–2009	СО массовой концентрации свинца в бензинах (КСБ-4)	серийное
ГСО 8644–2005	СО массовой концентрации фактических смол в бензинах и авиационных топливах (КФСА)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 13 апреля 2017 г. № 776</i>		
ГСО 172–86П	СО хрома металлического типа Х97,5 (Ф8)	серийное
ГСО 1521–86П	СО доломита типа ДК-18-0,40 (К4)	серийное
ГСО 1608–86П	СО сплава на никелевой основе типа ХН70ВМТЮФ (Н8)	серийное
ГСО 1640–88П	СО стали легированной типа 38Х2МЮА (УНЛ14)	серийное
ГСО 1774–92П	СО стали легированной типа 10Г2Б (УНЛ5)	серийное
ГСО 2073–92П	СО стали легированной типа ШХ15 (УНЛ9)	серийное
ГСО 4165–91П, 2489–91П/ 2497–91П	СО сталей углеродистых и легированных типов 13Х, 60С2, 05кп, 11ХФ, 60С2Г, 12Х1МФ, 25Х1МФ, 30ХН2МФА, 12МХ, В2Ф (комплект СО УГО-УГ9)	серийное
ГСО 4460–91П	СО чугуна типа ПЛ2 (Ч10)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
ГСО 4501–91П	СО стали углеродистой типа А12 (У17)	серийное
ГСО 6138–91	СО чугуна легированного типа ЧН2Х (Ч14)	серийное
ГСО 7984–2002	СО хрома металлического типа Х99Н1 (Ф36)	серийное
ГСО 7987–2002	СО стали углеродистой типа 45 (У21)	серийное
ГСО 7988–2002	СО стали углеродистой типа 35 (У20)	серийное
ГСО 8836–2006	СО чугуна антифрикционного типа АЧС-2 (Ч22)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 25 апреля 2017 г. № 867</i>		
ГСО 8637–2004	СО йодного числа светлых нефтепродуктов (ЙЧ-1)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 25 апреля 2017 г. № 868</i>		
ГСО 7862–2000	СО массовой концентрации азота в растворе нитрита натрия	серийное
ГСО 7863–2000	СО массовой концентрации азота в растворе нитрата калия	серийное
ГСО 7864–2000	СО массовой концентрации азота в растворе хлорида аммония	серийное
ГСО 7956–2001	СО состава раствора йодид-ионов	серийное
ГСО 7957–2001	СО состава раствора бромид-ионов	серийное
ГСО 7958–2001	СО состава раствора роданид-ионов	серийное
ГСО 8746–2006	СО состава раствора сульфат ионов (SO ₄ -1)	серийное
ГСО 8747–2006	СО состава раствора хлорид ионов (Cl-1)	серийное
ГСО 8748–2006	СО состава раствора додецилсульфата натрия (АСПАВ-1)	серийное
ГСО 8838–2006	СО состава раствора 1,1-диметилгидразина в серной кислоте (ДМГ-1)	серийное
ГСО 8839–2006	СО состава раствора нитрозодиметиламина (НДМА)	серийное
ГСО 8840–2006	СО состава раствора тетраметилтетразена в ацетонитриле (ТМТ)	серийное
ГСО 8571–2004	СО тангенса угла диэлектрических потерь (масло трансформаторное) (tg δ-1)	серийное
ГСО 8572–2004	СО тангенса угла диэлектрических потерь (масло трансформаторное) (tg δ-2)	серийное
ГСО 8645–2005	СО массовой концентрации фактических смол в моторных топливах (КФСБ)	серийное
ГСО 8885–2007	СО пробивного напряжения жидких углеводородов (ПН-1)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 25 апреля 2017 г. № 869</i>		
ГСО 3349–86	СО лигатуры с редкоземельными металлами типа ФС30РЗМ30 (Ф31)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 мая 2017 г. № 1022</i>		
ГСО 2667–83/ 2671–83	СО состава сплава медно-цинкового типа ЛС (комплект)	серийное
ГСО 10094–2012	СО состава газовой смеси O ₂ /Ar	серийное
ГСО 10095–2012	СО состава газовой смеси CH ₄ /воздух	серийное
ГСО 10107–2012	СО массовой доли нефтепродуктов в почве (СО НПП)	серийное

В следующих номерах журнала будет продолжена публикация сведений о вновь утвержденных типах стандартных образцов, о стандартных образцах, срок действия свидетельств которых продлен, о стандартных образцах, в описания типов которых внесены изменения по сроку годности экземпляров стандартных образцов в соответствии с принятыми Росстандартом решениями.

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

С целью повышения качества рукописей, публикуемых в журнале, и их соответствия международным требованиям, предъявляемым к научным публикациям, редакционная коллегия журнала просит авторов соблюдать правила, представленные ниже.

В журнале «Стандартные образцы» публикуются передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы статей, опубликованных в зарубежных журналах (при согласии правообладателя на перевод и публикацию); обзоры; комментарии и отчеты о мероприятиях.

Не допускается направление в редакцию уже опубликованных статей или статей, отправленных на публикацию в другие журналы.

Мониторинг несанкционированного цитирования осуществляется с помощью системы «Антиплагиат».

Журнал приветствует статьи, имеющие потенциально высокий импакт-фактор и/или содержащие материал о значительных достижениях в указанных направлениях.

Условия опубликования статьи:

- представляемая для публикации статья должна быть ранее нигде не опубликованной, актуальной, обладать новизной, содержать постановку задач (проблем), описание основных результатов исследования, полученных автором, выводы;
- соответствовать правилам оформления, представленным ниже (а также на сайте журнала);
- с авторов плата за публикацию не взимается, авторское вознаграждение не выплачивается;
- статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

Правила предоставления статьи:

- статья направляется в редакцию журнала по адресу: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, ФГУП «УНИИМ», главному редактору или ответственному секретарю на e-mail: taraeva@uniim.ru;
- статья представляется в бумажном виде и на электронном носителе (по e-mail или на диске) в формате Microsoft Word. Бумажный вариант должен полностью соответствовать электронному;
- текст статьи тщательно вычитывается и подписывается автором(ами), который(е) несет(ут) ответственность за научно-теоретический уровень публикуемого материала;
- при подаче статьи в редакцию автор соглашается с положениями лицензионного договора, размещенного на сайте журнала.

Правила оформления статьи:

При наборе статьи рекомендуется учитывать следующее:

1. Шрифт – Times New Roman, размер – 12 пт, межстрочный интервал – одинарный, форматирование – по ширине; все поля – по 20 мм, нумерация страниц обязательна. Объем статьи – до 20 страниц формата А4 (если статья превышает этот объем, то редакция вправе публиковать статью частями, в 2 номерах). *Особое внимание следует уделить качеству перевода метаданных статьи на английский язык. Желательно, чтобы перевод был выполнен носителем английского языка.*

2. Необходимо указать УДК (<http://www.udk-codes.net>).

3. Заголовок статьи лаконично (не более 10 слов) и точно отражает содержание статьи, тематику и результаты проведенного научного исследования.

Приводится на русском и английском языках.

4. Аффiliation авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

Очередность упоминания авторов напрямую зависит от их вклада в выполненную работу. Первым указывается автор, внесший наибольший вклад. При формировании перечня авторов необходимо соблюдать этические нормы соавторства, разработанные COPE (Committee on Publishing Ethics, <http://publicationethics.org>) (см. главу 4).

5. Аннотация на русском языке: выполняет функцию расширенного названия статьи и представляет ее содержание. Включает в себя основные разделы: *Введение; Материалы и методы; Результаты исследования; Обсуждение и заключение.*

Аннотация на английском языке, Abstract, информирует читателя об основных положениях статьи. Кратко обобщает исходные данные, цель, методы, результаты, выводы и область применения результатов всей работы. Abstract состоит из 200–250 слов. Abstract четко обозначает следующие составные части: *Introduction; Materials and methods; Results; Discussion and Conclusion.*

6. Ключевые слова (8–12 слов / фраз) являются поисковым образом научной статьи. В связи с этим они отражают основные положения, достижения, результаты, терминологию научного исследования. Приводятся на русском и английском языках.

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

8. Основной текст статьи излагается на русском или английском языках и содержит следующие обязательные разделы:

1) Введение – постановка научной проблемы, ее актуальность, связь с важнейшими задачами, которые необходимо решить, значение для развития определенной отрасли науки или практической деятельности.

2) Обзор литературы. Описываются основные (последние по времени) исследования и публикации, на которые опирается автор; современные взгляды на проблему; трудности при разработке данной темы; выделение нерешенных вопросов в пределах общей проблемы, которым посвящена статья.

3) Материалы и методы. В данном разделе описываются процесс организации эксперимента, примененные методики, использованная аппаратура; даются подробные сведения об объекте исследования; указывается последовательность выполнения исследования и обосновывается выбор используемых методов (наблюдение, опрос, тестирование, эксперимент, лабораторный опыт и т.д.).

4) Результаты исследования. Это основной раздел, цель которого при помощи анализа, обобщения и разъяснения данных доказать рабочую гипотезу (гипотезы). Результаты исследования излагаются кратко, но при этом содержат достаточно информации для оценки сделанных выводов. Также обосновывается, почему для анализа были выбраны именно эти данные. Все названия, подписи и структурные элементы графиков, таблиц, схем и т.д. оформляются на русском и английском языках.

5) Обсуждение и заключение. В заключении суммируются результаты осмысления темы, делаются выводы, обобщения и рекомендации, вытекающие из работы, подчеркива-

ется их практическая значимость, а также определяются основные направления для дальнейшего исследования в этой области.

6) Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

7) Вклад соавторов. В конце рукописи рекомендуется включить примечание, в котором разъясняется фактический вклад каждого соавтора в выполненную работу. Приводится на русском и английском языках.

9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них за последние 3 года – не менее 50 %, иностранных – не менее пяти источников, самоцитирование – не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети Интернет. Оформляется на русском и английском языках.

10. Аффилиация авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(и), адрес организации(й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

Правила рецензирования статьи

В журнале «Стандартные образцы» принято «двойное слепое» (рецензент и автор не знают имен друг друга) рецензирование статей. Рецензент на основании анализа статьи принимает решение рекомендовать статью к публикации (без доработки или с доработкой) или статью отклонить. В случае несогласия автора статьи с замечаниями рецензента его мотивированное заявление рассматривается редакционной коллегией.

Политика редакции

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (COPE).

Допускается свободное воспроизведение материалов журнала в личных целях и свободное использование в информационных, научных, учебных и культурных целях в соответствии со ст. 1273 и 1274 гл. 70 ч. IV Гражданского кодекса РФ и лицензией Creative Commons CC BY 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения соответствующих письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства.

Ответственный секретарь: Тараева Наталия Сергеевна, тел.: +7 (343) 350-72-42,
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© «Стандартные образцы», 2017

INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

In order to improve the quality of manuscripts published in the journal and their compliance to the international requirements set for scientific publications, the editorial board of the journal asks the authors to observe the rules provided below.

The journal "Reference materials" publishes editorials and original articles, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published articles from foreign journals (with the consent of the right holder for the translation and publication); reviews; commentaries and event reports.

Submission of a paper that has been previously published or submitted for publication to other journals is not permitted.

Monitoring of unauthorized citations is provided by "Anti-plagiarism" service.

The journal gives preference to the articles with potentially high impact factor and/or containing significant advances in the indicated areas of science.

Conditions for paper publication:

- the paper submitted for publication must not have been previously published, must be relevant, have a new element, a problem statement, description of main results of the study, obtained by the author, conclusions;
- the paper submitted for publication must comply with the rules of formatting given below or on the website of the journal;
- there is no publication or royalty fee;
- papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

Paper submission rules:

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor "UNIIM", 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation, or for Executive Secretary by e-mail: taraeva@uniim.ru;
- the paper is submitted in paper form and on electronic media (via e-mail or on disc) Microsoft Word format. The paper version must fully match the electronic version;
- the text of the paper must be proofread thoroughly and signed by the author(s) who is(are) responsible for the scientific and theoretical level of the material being published;
- upon submission of the paper to the editorial staff, the author accepts provisions of the license contract posted on the website of the journal.

Paper formatting rules:

The following points should be taken into consideration when typing the paper:

1. Font – Times New Roman, 12-point font size, line spacing – single line, indenting – justified; all margins – 20 mm each, page numbering is required. The paper shouldn't exceed the volume of 20 A4 pages (if the paper exceeds this limit, the editorial staff has the right to divide the paper for publication in two issues).

2. The title of the paper should be short (not more than 10 words) and informative and should cover the paper contents, the subject-matter and results of the conducted scientific study.

The title is to be provided in Russian and English.

3. Affiliation of authors. Full name of the author; full name of the organization (abbreviation for the organization), town/city, the Russian Federation; ORCID; e-mail.

4. The order in which authors are mentioned depends directly on their contribution to the performed work. The first to be indicated is the author who has made the largest contribution. When making a list of authors, it is necessary to comply with ethical standards pertaining to co-authorship norms established by COPE (the Committee on Publication Ethics, <http://publicationethics.org>) (see Chapter 4).

5. The Abstract in English (hereinafter referred to as Abstract) informs the reader about main provisions of the article. The abstract states briefly the input data, the aim, methods, results, conclusions and the field of application for the results of the whole work. The Abstract consists of 200-250 words. It consists of 4 distinct parts: *Introduction; Materials and methods; Results; Discussion and Conclusions*.

6. Keywords (8–12 words/phrases) constitute the search-case of a scientific paper.

For this reason, they should reflect basic statements, achievements, results and terminology of the study. They are to be provided in Russian and English.

7. Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

8. The main body of the article should be presented in Russian or in English and contains the following compulsory sections:

1) Introduction is a definition of the scientific problem, its relevance, its connection with the chief tasks to be solved, its importance for the development of a definite area of science or for practical activities.

2) Literature review. It is necessary to describe the principal (most recent) studies and publications relied upon by the author; modern views on the issue; difficulties in the development of the subject; the allotment of the outstanding issues within the general problem of the article.

3) Materials and methods. This section describes the process of the experiment, procedures and equipment used; provides detailed information about the object of research; indicates the sequence of conducting research and justifies the choice of the methods used (observation, survey, test, experiment, laboratory test, etc.).

4) Results. This is the main section, which aims to prove a working hypothesis (or hypotheses) by analysis, synthesis and data clarification. The study results should be presented briefly, but at the same time contain enough information for the evaluation of conclusions made by the author. The choice of these data should be justified as well. All titles, signatures, and structural elements of graphs, tables, charts etc. should be in Russian and in English.

5) Discussion and conclusion. The conclusion contains results of reflection on the given topic, generalizations and recommendations resulting from the work, their practical significance is emphasized. Also, main directions for further research in this area are indicated.

6) Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous

reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

7) Authors' contributions. At the end of the manuscript, authors should explain in the notes the actual contribution of each co-author to the work performed. It is to be provided in Russian and English.

9. Bibliography entries for documents should be drawn up according to GOST R 7.0.5-2008.

One should primarily refer to original sources from scientific journals included into global citation indexes.

It is advisable to refer to 20–40 sources. Out of them: not less than 50 % must be published within the past 3 years, not less than 5 sources should be foreign and not more than 5 sources should be self-citations. DOI or URL should be indicated.

The bibliography is to be provided in Russian and English.

10. Affiliation of authors. Full name, academic title, position held, the name of the organization(s), the address of the organization(s) (all the places where the author's study was conducted are to be indicated (permanent place, place where the project took place, etc.)), ORCID ID, e-mail, phone number, postal address for delivery of the author's copy.

This information is to be provided in Russian and English.

Paper review rules

The journal "Reference Materials" uses double-blind review (the reviewer and the author do not know each other's names). A reviewer analyses an article and decides whether to recommend it for publication (after revision of without it), or to refuse it. In case of noncompliance of the author with the comment of the reviewer, his motivated statement is considered by the editorial board.

Editorial Staff policy

The Editorial Staff's policy is based on modern legal requirements concerning libel, copyright, legitimacy, plagiarism and supports Academic Periodicals Ethical Codex stated by the Committee on Publication Ethics and it is formed taking into account standards of ethics of editors' and publishers' work established by Code of Conduct and Best Practice Guidelines for Journal Editors and Code of Conduct for Journal Publishers, developed by the Committee on Publication Ethics (COPE).

Free recall of journal's material is allowed for personal purposes. Free use is permitted for informational, academic, educational and cultural purposes in compliance with paragraphs 1273 and 1274 of chapter 70, part IV of Civil Codex of Russia and license Creative Commons CC BY 4.0. Other types of use are possible only after making agreements in writing with the copyright holder.

Electronic versions of papers are posted on the websites of the journal "Reference Materials"; the Russian State Library; the Scientific Electronic Library eLIBRARY.RU; the Electronic Library CyberLeninka.

The journal is distributed by paid subscription at the editorial office or through subscription agencies.

Executive Secretary – Natalia S. Taraeva , tel.: +7 (343) 350-72-42,
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru

www.rmjournal.ru

© "Reference Materials", 2017

