

ISSN 2077-1177

Стандартные образцы

Том Vol **13**

№ 2
2017



Reference
Materials

Том / Vol. 13 № 2, 2017

«СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ»

**Ежеквартальный научно-технический
журнал**

УЧРЕДИТЕЛЬ И ИЗДАТЕЛЬ:

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

ТИПОГРАФИЯ:

Издательско-полиграфический центр УрФУ
(ИПЦ УрФУ)
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

РЕДАКЦИЯ:

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

Издается с 2005 года

Периодичность издания – 4 раза в год

Подписной индекс в каталоге агентств
«Пресса России» — 10263

«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:

Publishing and printing center of the Ural Federal University
(PPC UrFU)
19 Mira St., Ekaterinburg 620002 Russia

EDITORIAL OFFICE:

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

Published since 2005

Publication frequency: quarterly

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

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

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 31.12.2017. Дата выхода в свет 31.01.2018.

Формат 80 × 1081/16. Печать офсетная.

Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 6,6

Тираж 200 экз. Заказ №.

© «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 журнала состоят в создании открытой площадки для обмена научной информацией, отражающей научные взгляды, результаты и достижения фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов, а также в популяризации вопросов, связанных со стандартными образцами как технической и нормативно-методической основой, 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 («двойное 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

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

Кремлёва Ольга Николаевна

и.о. заведующего отделом Государственной службы стандартных образцов ФГУП «УНИИМ», 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

Бортникова А. В.

ПЕРЕВОДЧИК

Квеглис Анна Викторовна

ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, Российская Федерация

ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ

Таскаев В. В.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ:

Илья Кусельман

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

Волкова Рауза Асхатовна

д. 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. 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:**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

Olga N. Kremleva

Acting Head of State Service of Reference Materials, UNIIM,
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:**Alena V. Bortnikova****TRANSLATOR:****Anna V. Kveglis**

UNIIM, Ekaterinburg,
the Russian Federation

LAYOUT, COLOUR CORRECTION:**Vladislav V. Taskaev****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 стандартного образца состава меди высокой чистоты (Cu SO УНИИМ) в качестве эталона сравнения в составе ГЭТ 176-2013	9
Зыскин В. М., Собина А. В., Шимолин А. Ю.	

Разработка стандартного образца удельной поверхности кварцевого песка	21
Собина Е. П.	

- СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Создание методик определения содержания основных компонентов в реактивах, используемых для синтеза стандартных образцов состава	27
Домбровская М. А., Лисиенко Д. Г., Кубрина Е. Д.	

СЛИЧЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ Межлабораторные сравнительные испытания в минералогических работах	37
Ожогина Е. Г., Лебедева М. И., Горбатова Е. А.	

ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ Метрологическое обеспечение радиохимического производства	49
Тадевосян Ю. А., Семёнов М. А., Киселёва Е. С.	

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ Информация о работе 7-го заседания Рабочей группы по стандартным образцам состава и свойств веществ и материалов Научно-технической комиссии по метрологии межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (РГ СО НТКМетр МГС)	59
---	----

22-е заседание Технического Комитета 1.12 Евро-азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КООМЕТ) «Стандартные образцы» (ТК 1.12 «СО» КООМЕТ)	61
III международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»	63

БИБЛИОТЕКА Обзор публикаций по стандартным образцам	65
Добровинский И. Е., Тараева Н. С.	

ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ Сведения о новых типах стандартных образцов	73
Агишева С. А.	

Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен	78
Агишева С. А.	

ORIGINAL PAPERS

- DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

Development of a certified reference material for composition of high-purity copper as a transfer standard within GET 176-2013	9
Zyskin V. M., Sobina A. V., Shimolin A. Yu.	

Development of a certified reference material for specific surface area of quartz sand	21
Sobina E. P.	

- MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

Creating procedures for determining the content of main components in reagents used for synthesizing certified reference materials for composition	27
Dombrovskaya M. A., Lisienko D. G., Kubrina E. D.	

REFERENCE MATERIAL COMPARISONS Interlaboratory comparison tests in mineralogical works	37
Ozhogina E. G., Lebedeva M. I., Gorbatova E. A.	

THE USE OF REFERENCE MATERIALS Metrological assurance in radiochemical production	49
Tadevosyan Yu. A., Semenov M. A., Kiseleva E. S.	

INFO. NEWS. EVENTS

OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS Information on the work of the 7th Meeting of the RM Working Group of the Scientific and Technical Commission on Metrology of the Interstate Council	59
---	----

The 22 nd meeting of COOMET TC1.12 «Reference Materials» (COOMET TC1.12 «RMs»)	61
The III rd International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology»	63

LIBRARY Overview of publications on reference materials	65
Dobrovinskiy I. E., Taraeva N. S.	

ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS Data on new reference materials approved in 2017	73
Agisheva S. A.	
Data on type approved reference materials the validity period of which has been extended	78
Agisheva S. A.	

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-9-20
УДК 006.82:53.089.68:543.551

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА МЕДИ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ (Cu SO УНИИМ) В КАЧЕСТВЕ ЭТАЛОНА СРАВНЕНИЯ В СОСТАВЕ ГЭТ 176-2013

© В. М. Зыскин, А. В. Соби́на, А. Ю. Шимолин

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
E-mail: dina2001@yandex.ru, zyskinvm@uniim.ru

Поступила в редакцию 20 сентября 2017 г., после доработки – 20 октября 2017 г.
Принята к публикации – 31 октября 2017 г.

Введение. Приведена информация о разработке стандартного образца состава меди высокой чистоты (Cu SO УНИИМ) в качестве эталона сравнения в составе государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2013.

Материалы и методы. Стандартный образец представляет собой куски прутка бескислородной медной катанки марки КМб по ГОСТ Р 53803–2010 массой от 0,5 до 1 г, упакованные в пластиковые флаконы с крышками вместимостью 30 или 50 см³. Аттестованной характеристикой стандартного образца является массовая доля меди в медной катанке в процентах. Установление аттестованного значения массовой доли меди выполнено первичным методом кулонометрии с контролируемым потенциалом на государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2013.

Результаты исследования. Интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли меди в стандартном образце от 99,950 % до 100,000 %. Относительная расширенная неопределенность (при $k = 2$) аттестованного значения массовой доли меди не превышает 0,030 %, относительная стандартная неопределенность от неоднородности не превышает 0,010 %, относительная стандартная неопределенность от нестабильности не превышает 0,010 %. Срок годности разработанного стандартного образца составляет 10 лет при соблюдении условий хранения.

Обсуждение и заключения. Разработанный стандартный образец внесен в Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 10800–2016. Стандартный образец меди

Ссылка при цитировании:

Зыскин В. М., Соби́на А. В., Шимолин А. Ю. Разработка стандартного образца состава меди высокой чистоты (Cu SO УНИИМ) в качестве эталона сравнения в составе ГЭТ 176–2013. Стандартные образцы. 2017. № 2. С. 9–20. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-9-20.

For citation:

Zyskin V. M., Sobina A. V., Shimolin A. Yu. Development of a certified reference material for composition of high-purity copper as a transfer standard within GET 176–2013. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2016, vol. 13, No. 2, pp. 9–20. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-9-20 (In Russ.).

высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) в качестве эталона сравнения предназначен для воспроизведения, хранения и передачи единицы массовой доли меди стандартным образцам и химическим реактивам методом прямых измерений и методом сличения при помощи компаратора, а также может использоваться:

- для поверки средств измерений (СИ), согласно Государственной поверочной схеме ГОСТ Р 8.735.1–2014 [1];
- калибровки, градуировки СИ; контроля метрологических характеристик при проведении испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа;
- для аттестации методик измерений, контроля точности методик измерений в процессе их применения.

Ключевые слова: кулонометрия с контролируемым потенциалом, стандартный образец, государственный первичный эталон, метрологическая прослеживаемость, массовая доля меди, аттестованное значение, неопределенность от неоднородности, срок годности

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-9-20

DEVELOPMENT OF A CERTIFIED REFERENCE MATERIAL FOR COMPOSITION OF HIGH-PURITY COPPER AS A TRANSFER STANDARD WITHIN GET 176-2013

© Veniamin M. Zyskin, Alena V. Sobina, Alexander Yu. Shimolin

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
Ekaterinburg, the Russian Federation
E-mail: dina2001@yandex.ru, zyskinvm@uniim.ru

Received – September 20, 2017; Revised – October 20, 2017

Accepted for publication – October 31, 2017

Introduction. The paper gives information on the development of a certified reference material (CRM) for composition of high-purity copper (Cu CRM UNIIM). The CRM is included as the transfer standard into the State primary standard of the mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of the component in liquid and solid substances and materials based on coulometry GET 176-2013.

Materials and methods. The CRM is represented by pieces of oxygen-free copper wire rod, KMB brand, produced according to GOST R 53803–2010, weighing from 0,5 to 1 g. The CRM is packed in plastic vials with the capacity of 30 or 50 cm³. The certified characteristic of the CRM is copper mass fraction in copper wire rod, expressed in percentages. The certified value for copper mass fraction was established by the primary method of controlled-potential coulometry using the State primary standard GET 176-2013.

Results. The permitted interval of the certified value for copper mass fraction in the CRM is from 99,950 % to 100,000 %. The relative expanded uncertainty ($k=2$) of the certified value for copper mass fraction does not exceed 0,030 %; the relative standard uncertainty due to in homogeneity does not exceed 0,010 %; the relative standard uncertainty due to instability does not exceed 0,010 %. The shelf life of the developed CRM is 10 years provided that standard storage conditions are ensured.

Discussion and conclusions. The developed CRM is included into the State register of type approved RMs under the number GSO 10800–2016. The CRM of high-purity copper (Cu CRM UNIIM) as a transfer standard is intended for reproduction, storage and transfer of the copper mass fraction unit to other reference materials and chemical reagents by the method of comparison using a comparator and by conducting direct measurements. This CRM may also be used:

- for verification of measuring instruments (MIs) according to the state verification schedule described in GOST R 8.735.0–2014 [1],
- for calibration, graduation of MIs; control of metrological characteristics when conducting MI tests, including the purposes of type approval;

—for validation of measurement procedures, accuracy control of measurement procedures in the process of their implementation.

Keywords: controlled- potential coulometry, reference material, state primary standard, metrological traceability, copper mass fraction, certified value, uncertainty due to in homogeneity, shelf life

Используемые в статье сокращения:

BAM – Federal Institute for Materials Research and Testing, Germany (Федеральный институт исследований и испытаний материалов, Германия)
ГПЭ – государственный первичный эталон
ККП – кулонометрия с контролируемым потенциалом
МБМВ – Международное бюро мер и весов
МДОК – массовая доля основного компонента
СО – стандартные образцы
СИ – средства измерения

Abbreviations used in the article:

BAM – Federal Institute for Materials Research and Testing, Germany
SPS – state primary standard
CPC – controlled potential coulometry
The BIPM – The International Bureau of Weights and Measures
MFMC – mass fraction of the main component
RM – reference materials
MI – measuring instruments

Введение

Стандартные образцы состава веществ и материалов используются в метрологических работах с целью обеспечения единства измерений и предназначены для воспроизведения, хранения и передачи единицы массовой доли различных компонентов методом прямых измерений и методом сличения при помощи компаратора.

В настоящее время в Германии, США, Китае, Японии, России и ряде других стран интенсивно ведутся разработки СО высокочистых веществ, в том числе высокочистых металлов, и оценивание их чистоты становится актуальным для обеспечения прослеживаемости результатов измерений химического состава до единиц системы СИ [2, 3]. В большинстве стран данные высокочистые вещества с достоверной оценкой чистоты, подтвержденной различными методами, выступают в качестве «primary reference materials» или «primary standard» [4], что следует понимать как первичные стандартные образцы или первичные эталоны. Высокочистые вещества, представленные в базе данных МБМВ в качестве первичных СО, демонстрируют наивысшие измерительные калибровочные возможности и являются носителями измерительной информации, характеризующей химический состав веществ и материалов.

При оценке чистоты первичных СО используются, как правило, два основных подхода: измерение массовой доли основного компонента первичными методами (кулонометрия, электрогравиметрия, криоскопия, гравиметрия, титриметрия), либо определение массовой доли основного компонента по схеме «100 % минус сумма примесей». При использовании второго подхода важно число определяемых примесей, в идеальном случае оно должно равняться чис-

лу стабильных элементов в периодической системе Д. И. Менделеева за исключением основных компонентов (например, в работах BAM, Германия, при оценивании чистоты первичных стандартных образцов состава чистых металлов проводят определение примесей 91–96 элементов) [5].

В Российской Федерации выпущены и выпускаются десятки СО состава высокочистых металлов. К сожалению, в большинстве выпускаемых СО в качестве метрологических характеристик приводится только требуемый набор массовых долей элементов-примесей для обеспечения качества выпускаемых металлов согласно ГОСТ (ТУ), аттестованное значение массовой доли основного компонента, как правило, не приводится.

Целью настоящей работы была разработка СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) в качестве эталона сравнения в составе государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176–2013¹, для воспроизведения, хранения и передачи единицы массовой доли меди стандартным образцам и химическим реактивам и обеспечения прямой метрологической прослеживаемости к единицам системы СИ. Стандартный образец может использоваться для поверки, калибровки, градуировки средств измерений, контроля метрологических характеристик при проведении испытаний средств измерений, в том

¹ ГЭТ 176–2013 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии// Росстандарт [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/08_standard/2list.aspx?z=&n=176-2013&r=ФГУП%20УНИИМ.

числе в целях утверждения типа, для аттестации методик измерений, контроля точности методик измерений в процессе их применения.

Обзор литературы

В настоящее время в Российской Федерации предприятия медной промышленности выпускается достаточно широкая номенклатура меди различных марок, изделий на ее основе, медных сплавов и различных неорганических и органических соединений меди. Аналитические лаборатории, занимающиеся контролем качества выпускаемой продукции, для определения химического состава используют как классические методы (гравиметрия, титриметрия), так и различные инструментальные методы анализа, требующие предварительной градуировки приборов по стандартному образцу. В Государственный реестр утвержденных типов СО на сегодняшний день внесено около 50 типов СО состава меди различных марок, около 10 типов СО состава медных руд и концентратов, 12 типов СО состава раствора ионов меди, используемых для контроля качества выпускаемой продукции.

Всю нормативную документацию, используемую для определения показателей качества выпускаемой меди и ее соединений, можно разделить на три группы, в зависимости от содержания меди.

При анализе продукции с содержанием меди от 45 % и выше: сплавов медно-цинковых (латуней) литейных [6], латуней литейных в чушках [7], сплавов медно-цинковых (латуней), обрабатываемых давлением [8], прутков латунных [9] применяется ГОСТ 1652.1–77 [10], который устанавливает гравиметрический электролитический или титриметрический (йодометрический) метод определения массовой доли меди; примеси, в зависимости от содержания, определяются титриметрическим, экстракционно-фотометрическим или атомно-абсорбционным методом по ГОСТ 1652.2 – ГОСТ 1652.13 [11–22], для определения свинца, олова и мышьяка может применяться полярографический или амперометрический метод.

Измерение массовых долей меди в ее солях, оксидах, других неорганических соединениях проводится титриметрическими методами анализа, как правило, йодометрией или комплексонометрией [23, 24].

При анализе черновой меди различных марок [25] применяется ГОСТ Р 55685–2013 [26], который устанавливает электрогравиметрический метод измерения массовой доли меди (в сумме с серебром) в диапазоне от 96,00 % до 99,85 %, для измерения остаточного содержания меди в электролите используют экстракционно-фотометрический или атомно-абсорбционный метод

либо метод эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой. Примеси, в зависимости от содержания, измеряют атомно-эмиссионным спектральным методом с фотоэлектрической регистрацией спектра, используя для градуировки СО состава черновой меди, либо атомно-эмиссионным спектральным методом с индуктивно-связанной плазмой, атомно-абсорбционным или фотометрическим методом.

Определение массовой доли меди в меди различных марок по ГОСТ 859-2014 [27], в медной катанке для электротехнических целей по ГОСТ Р 53803–2010 [28], в катодах медных по ГОСТ 546-2001 [29] проводится в соответствии с ГОСТ 31382–2009 [30], который устанавливает электролитический метод измерения массовой доли меди (в сумме с серебром) в диапазоне от 99,00 % до 99,90 %, медь, оставшуюся в электролите, определяют атомно-абсорбционным или фотометрическим методом. Массовую долю меди свыше 99,90 % определяют по разности, вычитая сумму массовых долей измеренных примесей из 100 %.

Общие требования к методам анализа цветных металлов и их сплавов определены ГОСТ 25086–2011 [31], в котором установлено (п. 7.3), что для приготовления растворов с известной концентрацией металлов используются металлы и их соединения, содержащие не менее 99,9 % основного вещества, если в нормативных документах на метод анализа не указано иное. В связи с этим, при отсутствии СО, аттестованных по массовой доле меди, во всей нормативной документации в качестве исходного вещества используется медь марки М0, или более «высоких» марок.

Использование меди различных марок по ГОСТ 859-2014 в качестве «первичного стандарта» для приготовления растворов меди точно известной концентрации, строго говоря, нарушает принцип метрологической прослеживаемости результатов измерений к единицам СИ по следующим причинам:

1. Во всех марках меди нормируется массовая доля меди в сумме с серебром, массовые доли меди и серебра раздельно нормируются только в марках М00, М00б, М0к, М1к, в марке М00к массовые доли меди и кислорода не нормируются и устанавливаются в контракте по согласованию с заказчиком;

2. Во всех марках меди значение массовой доли меди нормируется как «не менее», поскольку определяется вычитанием суммы определенных примесей из 100 %. Неопределенность, связанная с наличием ненормируемых примесей в меди, особенно газообразующих, может вносить существенный вклад в суммарную неопределенность измерений массовой доли меди, так как число

определяемых примесей в нормативной документации не превышает двадцати.

В реестр СО Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений внесено только два СО, аттестованной характеристикой которых является массовая доля меди.

– СО массовой доли меди в меди (слиток) (ГСО 9438–2009) с массовой долей меди 99,95 % и расширенной неопределенностью аттестованного значения (при $k=2$) – 0,05 %. Значение аттестованной характеристики установлено прямым методом электрогравиметрии. Данный СО приготовлен из меди марки М00к, массовая доля кислорода в которой не нормируется.

– СО состава меди (ВАМ-У001) (ГСО 9440–2009) с массовой долей меди 0,999970 кг/кг и расширенной неопределенностью аттестованного значения (при $k=2$) – 0,000010 кг/кг. Значение аттестованной характеристики установлено как 100 % минус сумма 96 элементов-примесей с использованием различных методов измерения. СО состава меди (ВАМ-У001) является первичным СО состава меди в Германии [32], представлен на сайте МБМВ как образец, использованный при ключевых сличениях, но доступен для приобретения только метрологическим институтам для передачи единицы массовой доли меди.

Материалы и методы

Материал СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) представляет собой бескислородную медную катанку марки КМб по ГОСТ Р 53803–2010 [28], изготовленную из меди марки М001б или М0б. В качестве исходного материала для партии № 1 СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) была выбрана бескислородная медная катанка марки КМб диаметром 8 мм производства Каменск-Уральского завода по обработке цветных металлов, с характеристиками, указанными в табл. 1.

Метрологические характеристики СО были установлены первичным методом кулонометрии с контролируемым потенциалом на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2013 по методике МА 18-223-2013 «Стандартный образец массовой доли меди в меди, стандартные образцы состава растворов ионов меди (II)». Программа и методика определения метрологических характеристик», утвержденной ФГУП «УНИИМ» в 2013 г., которая является приложением к руководству по эксплуатации ГЭТ 176-2013.

Измерения МДОК в материале СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) проводили на эталонной установке, реализующей метод кулонометрии с контро-

Таблица 1. Состав медной катанки марки КМб из меди марки М001б

Table 1. Composition of КМb copper wire rod made of М001b copper

Наименование компонента	Значение массовой доли по сертификату, %
Основной компонент (медь), не менее	99,98
Висмут, не более	0,00010
Селен, не более	0,00010
Теллур, не более	0,00010
Сурьма, не более	0,00020
Мышьяк, не более	0,00020
Свинец, не более	0,00018
Сера, не более	0,0012
Железо, не более	0,0004
Серебро, не более	0,0012
Кислород, не более	0,0005

лируемым потенциалом, схема которой и метрологические характеристики описаны ранее [33].

В основе метода лежит реакция электрохимического восстановления ионов Cu^{2+} до Cu^+ на платиновой сетке при потенциале 0 мВ и электрохимического окисления ионов Cu^+ до Cu^{2+} при потенциале + 480 мВ в среде 1 М соляной кислоты. Электрохимическая реакция является обратимой, формальный потенциал системы Cu^{2+}/Cu^+ составляет +240 мВ относительно хлорсеребряного электрода сравнения ЭСр-10107–3,5.

Для титрования применяли трехэлектродную электролитическую ячейку, состоящую из рабочей камеры вместимостью 50 см³ и двух электролитических ключей, используемых для разделения катодного и анодного пространства. Генераторным и вспомогательным электродами служили платиновые сетки по ГОСТ 6563–75 [34]. Генераторный электрод погружали в рабочую камеру, вспомогательный электрод и хлорсеребряный электрод сравнения – в электролитические ключи. Внешний вид электролитической ячейки и методика проведения измерений приведены в работе [35].

Перед измерением материал СО подвергали травлению, которое проводилось с применением кислот особой чистоты и деионизированной воды с удельным сопротивлением 18,2 МОм·см (при температуре 25 °С).

Травление образца с целью удаления с поверхности загрязнений и оксидных слоев проводили в течение двух минут при комнатной температуре в растворе, приготовленном смешением азотной кислоты (квалификации о. с. ч.) с массовой долей 70 %, уксусной кислоты (квалификации о. с. ч.) с массовой долей 100 % и деионизированной воды в объемном соотношении (1:2:1), затем трижды промывали деионизированной водой. Образец после травления дважды промывали 95 % этиловым спиртом и сушили 10 минут в потоке аргона высокой чистоты.

Массу материала СО, необходимую для измерений, определяли взвешиванием, в течение 30 минут после окончания сушки, по методу замещения с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха, на компараторе массы ССЕ-66 («Sartorius», Германия), класс точности I (специальный), наибольший предел взвешивания 61 г, дискретность отсчета 0,000001 г.

Массовую доли меди A_m , (%) в материале СО вычисляли по формуле

$$A_m = \frac{M \cdot (Q_i - Q_f) \cdot m}{n \cdot F \cdot K_c \cdot m_1 \cdot m_2} \cdot 100\% = \frac{M \cdot \alpha \cdot (N_i - N_f) \cdot m}{n \cdot F \cdot K_c \cdot m_1 \cdot m_2} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где M – молярная масса меди, г/моль;

m – масса раствора пробы СО с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха, г;

m_1 – масса навески СО с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха, г.

m_2 – масса раствора пробы СО, помещенная в ячейку, с учетом поправки на выталкивающую силу воздуха, г;

Q_i – количество электричества, израсходованное в ходе реакции окисления меди, Кл;

Q_f – количество электричества, израсходованное в ходе реакции окисления фона, Кл;

N_i – число импульсов, фиксируемое счетчиком импульсов интегратора за время окисления i пробы, имп;

N_f – число импульсов, фиксируемое счетчиком импульсов интегратора за время окисления фона, имп;

α – градуировочный коэффициент, определяющий количество электричества, соответствующее 1 импульсу на выходе ПНЧ, Кл/имп;

n – количество электронов, участвующих в электрохимической реакции;

F – постоянная Фарадея, (96485,3251 Кл/моль) [36];

K_c – коэффициент завершенности электрохимической реакции.

Результаты и обсуждение

Разработанный стандартный образец (Cu СО УНИИМ) представляет собой куски прутка бескислородной медной катанки марки КМб массой от 0,5 до 1 г, упакованные в пластиковые флаконы с крышками вместимостью 30 или 50 см³. Масса фасовки от 5 до 20 г. Каждый флакон дополнительно помещен в полиэтиленовый пакет с zip-lock замком.

Исследование неоднородности материала СО

Оценивание стандартной неопределенности от неоднородности u_h материала СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) (партия 1) по массовой доле основного компонента проводили одновременно с определением аттестованного значения. Для исследования однородности от всего материала СО отобрали случайным образом 4 пробы по 20 г. Провели измельчение проб таким образом, чтобы массы кусочков катанки не превышали 1 г, затем выполнили по 4 измерения значения аттестуемой характеристики СО в каждой пробе. Все измерения выполнены на ГЭТ 176-2013. Эксперимент составлен и обработан в соответствии со схемой однофакторного дисперсионного анализа ANOVA с учетом положений [37, 38]. Результаты оценивания неоднородности материала СО представлены в табл. 2.

Абсолютная стандартная неопределенность от неоднородности u_h материала СО составила 0,0024 %.

Исследование стабильности материала СО

Определение срока годности СО и оценивание неопределенности u_h от долговременной нестабильности (u_{stab}) материала СО состава меди высокой чистоты проводили изохронным методом исследования стабильности по алгоритму [37].

При фиксированном значении температуры хранения (20 °С) продолжительность исследования стабильности (τ , ч) оценивали по уравнению Вант-Гоффа

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

где T – предполагаемый срок годности СО, ч;

t_0 – температура хранения материала СО, °С;

t_I – температура испытания материала СО, °С.

Для назначения срока годности экземпляра СО 10 лет расчетное время старения составляет 22 часа, при температуре испытания 140 °С.

Полученные данные по исследованию стабильности материала СО состава меди высокой чистоты и результаты их обработки представлены в табл. 3.

Таблица 2. Результаты исследования однородности материала стандартного образца
Table 2. The results of the reference material homogeneity study

Номер пробы (<i>n</i>)	Результаты измерений МДОК, %				Средний результат в пробе ($\bar{x}_n$)	Общее среднее ($\bar{A}$)
	1	2	3	4		
1	99,994	99,992	99,985	100,001	99,993	99,994
2	99,995	100,001	99,997	99,984	99,994	
3	99,998	99,980	99,999	99,990	99,992	
4	99,988	99,996	99,998	100,003	99,996	
SS_e					0,000638	
SS_h					0,000044	
$\overline{SS}_e$					0,0000532	
$\overline{SS}_h$					0,0000147	
u_h					0,0024	

Таблица 3. Результаты исследования стабильности материала стандартного образца
Table 3. The results of the reference material stability study

Время исслед.	Результаты измерений МДОК в материале СО, %		Промежуточные характеристики для оценивания u_{stab}			
	$t=20\text{ }^{\circ}\text{C}$	$t=140\text{ }^{\circ}\text{C}$	$d = x_{i1} - x_{0i}$	d_i^2	$d_i \times t_i$	t_i^2
T, ч						
5	99,988	99,993	0,005	0,000025	0,0250	25
10	99,992	99,995	0,003	0,000009	0,0300	100
15	99,986	99,990	0,004	0,000016	0,0600	225
20	99,980	99,983	0,003	0,000009	0,0600	400
S_r						0,00272
a						0,000233
S_a						0,0000992
$t_{расчет}$						2,35
u_{stab}						0,00218

Статистически значимого изменения массовой доли меди в материале СО за период исследования стабильности не обнаружено, поскольку рассчитанное значение $t_{расчет}=2,35$ меньше $t_{0,95}(n-1)=3,18$. Абсолютная стандартная неопределенность от нестабильности материала СО составила $u_{stab}=0,0022\%$.

Определение аттестованного значения и оценивание стандартной неопределенности от способа характеристики

Для установления аттестованного значения СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) были использованы данные, полученные при исследовании однородности

материала СО, – шестнадцать измерений массовой доли основного компонента в СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) (табл. 2). Среднее арифметическое значение результатов измерений МДОК и результаты оценки составляющих неопределенности в СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) приведены в табл. 4.

За аттестованное значение СО принимали среднее арифметическое значение измерений МДОК в материале СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ).

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения СО определяли по формуле

$$u_c(\hat{A}) = \sqrt{u_{char}^2 + u_h^2 + u_{stab}^2} = 0,006\%, \quad (3)$$

Таблица 4. Результаты исследования метрологических характеристик стандартного образца
Table 4. The results of studying metrological characteristics of the reference material

Среднее арифметическое значение результатов измерений МДОК (партия № 1), %	Стандартная неопределенность типа А, (u_A), %	Стандартная неопределенность типа В, (u_B), %	Стандартная неопределенность от способа установления аттестованного значения СО, (u_{char}), %
99,994	0,0017	0,0049	0,0052

Аттестованное значение СО, расширенная неопределенность аттестованного значения ($U_{(k=2)}$) и границы абсолютной погрешности аттестованного значения ($\pm \Delta$) приведены в таблице 5.

Бюджет неопределенности измерений МДОК в СО состава меди высокой чистоты приведен в табл. 6.

Материал первой партии СО был использован для проведения пилотных сличений КООМЕТ 645/RU/14 «Измерения массовой доли меди и примесей в бескислородной медной катанке марки КМб М0016 для определения чистоты меди», результаты будут опубликованы.

Таблица 5. Аттестованные значения стандартного образца меди высокой чистоты (партия № 1)
Table 5. Certified values of the reference material for composition of high-purity copper (batch No. 1)

Аттестуемая характеристика СО	Аттестованное значение СО, %	Расширенная неопределенность аттестованного значения $U(k=2)$, %	Границы значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm \Delta$, % (при $P=0,95$)
Массовая доля меди	99,994	0,012	0,012

Таблица 6. Бюджет неопределенности измерений МДОК в стандартном образце состава меди высокой чистоты

Table 6. Uncertainty budget for measurements of MFMC in the reference material for composition of high-purity copper

Входные величины:

1. Градуировочный коэффициент,	α	отн.	0,00245	%
2. Число импульсов на выходе ПНЧ,	N	отн.	0,0015	%
3. Молярная масса компонента,	M	абс.	0,0015	г/моль
4. Масса раствора СО меди,	m	абс.	8,2E-06	г
5. Постоянная Фарадея,	F	абс.	0,0012	Кл/моль
6. Коэффициент завершенности,	K_3	отн.	0,0002	%
7. Масса раствора СО меди в ячейке,	m_1	абс.	6,3E-06	г
8. Масса навески СО меди,	m_2	абс.	6,3E-06	г

Неопределенность

Тип	Входная величина	Оценка		Неопределенность		Распределение вероятности	Коэффициент чувствительности		Вклад в u_c		ν_i
		x_j	ед.	u_j	ед.		c_j	ед.	$c_j u_j$	ед.	
A	Повторяемость	99,994	%	0,0017	%	N	1	1	1,70E-03	%	15
B	α	1,61E-04	Кл/имп	3,93E-09	Кл/имп	R	6,23E+05	%/(Кл/имп)	2,45E-03	%	∞
B	N_i	100528	имп	1,51E+00	имп	R	1,01E-03	%/имп	1,53E-03	%	∞
B	N_f	1686	имп	2,53E-02	имп	R	-1,01E-03	%/имп	-2,56E-05	%	∞
B	M	63,546	г/моль	1,50E-03	г/моль	N	1,57E+00	%/(г/моль)	2,36E-03	%	∞

Тип	Входная величина	Оценка		Неопределенность		Распределение вероятности	Коэффициент чувствительности		Вклад в u_c		v_i
		x_j	ед.	u_j	ед.		c_j	ед.	$c_j u_j$	ед.	
B	m	23,367571	г	8,20E-06	г	R	4,28E+00	%/г	3,51E-05	%	∞
B	F	96485,325	Кл/моль	1,20E-03	Кл/моль	N	-1,04E-03	%/(Кл/моль)	-1,24E-06	%	∞
B	K_3	1	—	2,00E-06	—	R	-1,00E+02	%	-2,00E-04	%	∞
B	m_1	1,0812	г	6,30E-06	г	R	-9,25E+01	%/г	-5,83E-04	%	∞
B	m_2	0,225860	г	6,30E-06	г	R	-4,43E+02	%/г	-2,79E-03	%	∞
B	Примеси электролита	—	—	1,70E-04	—	R	1	—	1,70E-04	%	∞
B	Влияние O_2	—	—	5,00E-04	—	R	1	—	5,00E-04	%	∞
B	Диффузия	—	—	1,20E-03	—	R	1	—	1,20E-03	%	∞
Неопределенность типа A, u_A									0,0017	%	15
Неопределенность типа B, u_B									0,0049	%	∞
Неопределенность от способа установления значения массовой доли, u_{char}									0,0052	%	15
Неопределенность от неоднородности, u_h									0,0024	%	3
Неопределенность от нестабильности, u_{stab}									0,0022	%	—
Суммарная стандартная неопределенность, u_c									0,0061	%	—
Расширенная неопределенность, $U (k=2, P=0,95)$									0,0122	%	—

Заключение

Разработанный СО состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) внесен в Государственный реестр стандартных образцов утвержденных типов под номером ГСО 10800–2016² с метрологическими характеристиками, приведенными в описании типа.

Аттестованное значение массовой доли меди в СО состава меди высокой чистоты установлено первичным методом кулонометрии при контролируемом потенциале, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли меди в стандартном образце от 99,950 % до 100,000 %. Относительная расширенная неопределенность (при $k=2$) аттестованного значения массовой доли меди не превышает 0,030 %.

Прослеживаемость аттестованного значения СО обеспечена применением метода прямых измерений на Государственном первичном эталоне единиц мас-

совой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2013.

Вклад соавторов

Зыскин В. М.: концепция исследования, разработка методики измерения, получение экспериментальных данных, сбор литературных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи.

Собина А. В.: определение замысла статьи, анализ экспериментальных данных, компьютерная работа с текстом, перевод на английский язык, сбор литературных данных на иностранных языках, критический анализ и доработка текста.

Шимолин А. Ю.: оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа, редакция текста статьи.

Все авторы прочли и одобрили окончательный вариант рукописи.

² ГСО 10800–2016 Стандартный образец состава меди высокой чистоты (Cu СО УНИИМ) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%2010800-2016.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Р 8.735.1–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе кулонометрии. М.: Стандартинформ, 2015. 16 с.
2. Hipphardt H. Certification of mass fraction of iron in Primary Reference Material BAM-Y002, BAM, Berlin, CERTIFICTION REPORT BAM/HKi/04–05/July 2004
3. Hipphardt H. Certification of mass fraction of lead in Primary Reference Material BAM-Y004, BAM, Berlin, BAM/HKi/2004–12/ July 2004.
4. Purity determination as needed for the realization of primary standards for elemental determination – status of international comparability /Gregory C. Turk [et al.] Metrologia. 2010. P. 29–37.
5. CCQM–P149 Purity determination of zinc to be used as primary standard for zinc determination. Draft B. Berlin. November, 2015.
6. ГОСТ 17711–93 Сплавы медно-цинковые (латуни) литейные. Марки. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 8 с.
7. ГОСТ 1020–97 Латуни литейные в чушках. Технические условия. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 11 с.
8. ГОСТ 15527–2004 Сплавы медно-цинковые (латуни), обрабатываемые давлением. Марки. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. 11 с.
9. ГОСТ 2060–2006 Прутки латунные. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2007. 31 с.
10. ГОСТ 1652.1–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения меди. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 12 с.
11. ГОСТ 1652.2–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения свинца. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 17 с.
12. ГОСТ 1652.3–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения железа. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 15 с.
13. ГОСТ 1652.4–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения марганца. М.: ИПК Издательство стандартов, 1991. 13 с.
14. ГОСТ 1652.5–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения олова. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 21 с.
15. ГОСТ 1652.6–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения сурьмы. М.: ИПК Издательство стандартов, 1991. 15 с.
16. ГОСТ 1652.7–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения висмута. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 14 с.

REFERENCES

1. GOST R 8.735.1–2014 State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for instruments measuring the content of components in liquid and solid substances and materials. Transfer of the units from the State Primary Standard based on coulometry. Moscow, Standartinform, 2015, 16 p. (In Russ.)
2. Hipphardt H. Certification of mass fraction of iron in Primary Reference Material BAM-Y002, BAM, Berlin, CERTIFICTION REPORT BAM/HKi/04–05/July 2004.
3. Hipphardt H. Certification of mass fraction of lead in Primary Reference Material BAM-Y004, BAM, Berlin, BAM/HKi/2004–12/ July 2004.
4. Gregory C. Turk [et al.] Purity determination as needed for the realization of primary standards for elemental determination – status of international comparability. Metrologia. 2010, P. 29–37.
5. CCQM–P149 Purity determination of zinc to be used as primary standard for zinc determination. Draft B. Berlin. November, 2015
6. GOST 17711–93 Cast copper-zinc alloys (brass). Grades. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 2002, 8 p. (In Russ.)
7. GOST 1020–97 Casting brass in pigs. Specifications. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 2001, 11 p. (In Russ.)
8. GOST 15527–2004 Pressure treated copper zinc alloys (brasses). Grades. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 2004, 11 p. (In Russ.)
9. GOST 2060–2006 Brass rods. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 2007, 31 p. (In Russ.)
10. GOST 1652.1–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of copper. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 12 p. (In Russ.)
11. GOST 1652.2–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of lead. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 17 p. (In Russ.)
12. GOST 1652.3–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of iron. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 15 p. (In Russ.)
13. GOST 1652.4–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of manganese. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 13 p. (In Russ.)
14. GOST 1652.5–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of tin. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 21 p. (In Russ.)
15. GOST 1652.6–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of antimony. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 15 p. (In Russ.)
16. GOST 1652.7–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of bismuth. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 14 p. (In Russ.)

17. ГОСТ 1652.8–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения мышьяка. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 13 с.
18. ГОСТ 1652.9–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения серы. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 13 с.
19. ГОСТ 1652.10–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения алюминия. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 24 с.
20. ГОСТ 1652.11–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения никеля. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 13 с.
21. ГОСТ 1652.12–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения кремния. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 8 с.
22. ГОСТ 1652.13–77 Сплавы медно-цинковые. Методы определения фосфора. М.: ИПК Издательство стандартов, 1997. 10 с.
23. ГОСТ 19347–2014 Купорос медный. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2015. 35 с.
24. ГОСТ 4165–78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. 10 с.
25. ГОСТ Р 54310–2011 Медь черновая. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2011. 9 с.
26. ГОСТ Р 55685–2013 Медь черновая. Методы анализа. М.: Стандартиформ, 2014. 61 с.
27. ГОСТ 859–2014 Медь. Марки. М.: Стандартиформ, 2015. 8 с.
28. ГОСТ Р 53803–2010 Катанка медная для электротехнических целей. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2010. 12 с.
29. ГОСТ 546–2001 Катоды медные. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2007. 8 с.
30. ГОСТ 31382–2009 Медь. Методы анализа. М.: Стандартиформ, 2010. 94 с.
31. ГОСТ 25086–2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа. М.: Стандартиформ, 2012. 16 с.
32. Hipphardt H. Certification of mass fraction of copper in Primary Reference Material BAM-Y001, BAM, Berlin, CERTIFICATION REPORT BAM/HKi/01–27/June 2004.
33. Зыскин В. М. Создание эталонной установки на основе кулонометрии с контролируемым потенциалом в рамках совершенствования Государственного первичного эталона ГЭТ 176 и ее измерительные возможности / В. М. Зыскин, А. В. Собина, А. Ю. Шимолин, Г. И. Терентьев // Стандартные образцы. 2016. № 2. С. 44–54. DOI:10.20915/2077-1177-2016-0-2-44-54.
17. GOST 1652.8–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of arsenic. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 13 p. (In Russ.)
18. GOST 1652.9–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of sulphur. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 13 p. (In Russ.)
19. GOST 1652.10–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of aluminium. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 24 p. (In Russ.)
20. GOST 1652.11–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of nickel. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 13 p. (In Russ.)
21. GOST 1652.12–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of nickel. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 8 p. (In Russ.)
22. GOST 1652.13–77 Copper-zinc alloys. Methods for the determination of silicon. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 1997, 8 p. (In Russ.)
23. GOST 1652.12–77 Blue vitriol. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 2015, 35 p. (In Russ.)
24. GOST 4165–78 Reagents. Copper II sulphate pentahydrate. Specifications. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 2001, 10 p. (In Russ.)
25. GOST R 54310–2011 Blister copper. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 2011, 9 p. (In Russ.)
26. GOST R 55685–2013 Blister copper. Methods of analysis. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 61 p. (In Russ.)
27. GOST 859–2014 Copper. Grades. Moscow, Standartinform Publ., 2015, 8 p. (In Russ.)
28. GOST R 53803–2010 Copper rod for electrical purposes. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 2010, 12 p. (In Russ.)
29. GOST 546–2001 Copper cathodes. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 2007, 8 p. (In Russ.)
30. GOST 31382–2009 Copper. Methods of analysis. Moscow, Standartinform Publ., 2010, 94 p. (In Russ.)
31. GOST 25086–2011 Non-ferrous metals and their alloys. General requirements for methods of analysis. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 16 p. (In Russ.)
32. Hipphardt H. Certification of mass fraction of copper in Primary Reference Material BAM-Y001, BAM, Berlin, CERTIFICATION REPORT BAM/HKi/01–27/June 2004.
33. Zyskin V. M., Shimolin A. I., Sobina A. V., Terentiev G. I. Bating a reference installation based on controlled-potential coulometry metod in the frame of improving the state primary standard GET 176 and its measurement capabilities. Standartnye obrazcy=Reference materials, 2016, no.2, pp. 44–54. (In Russ.) DOI:10.20915/2077-1177-2016-0-2-44-54.

34. ГОСТ 6563–75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия (с Изменениями № 1, 2, 3). М.: Стандартинформ, 2009. 49 с.

35. Зыскин В. М. Применение прецизионной кулонометрии при контролируемом потенциале для определения метрологических характеристик стандартных образцов состава веществ / В. М. Зыскин, В. Н. Гусев, Г. И. Терентьев, А. Н. Могилевский // Стандартные образцы. 2012. № 1. С. 53–60.

36. Mohr P. J., Taylor B. N., Newell D. B. CODATA recommended values of the fundamental physical constants: 2014. Available: <http://physics.nist.gov/constants>

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

38. РМГ 93–2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов. М.: Стандартинформ, 2016. 32 с.

34. GOST 6563–75 Technical articles made of noble metals and their alloys. Specifications. Moscow, Standartinform Publ., 2009, 49 p. (In Russ.)

35. Zyskin V. M., Gusev V. N., Terentiev G. I., Mogilevskiy A. N. The use of precise coulometry with controlled potential for the determination of metrological characteristics of certified reference materials for composition of substances. Standartnye obrazcy=Reference materials, 2012, no. 1, pp. 53–60. (In Russ.)

36. Mohr P. J., Taylor B. N., Newell D. B. CODATA recommended values of the fundamental physical constants: 2014. Available: <http://physics.nist.gov/constants>.

37. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials – Basic and statistical principles of the certification. Moscow, Standartinform Publ., 2016, 61 p. (In Russ.)

38. RMG 93–2009 GSI. 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

Зыскин Вениамин Михайлович – ведущий инженер лаборатории физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов Уральского научно-исследовательского института метрологии.
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: dina2001@yandex.ru, zuskinvm@uniim.ru

Собина Алена Вячеславовна – канд. техн. наук, заведующий лаборатории физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов Уральского научно-исследовательского института метрологии.
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: sobinaav@uniim.ru

Шимолин Александр Юрьевич – старший инженер лаборатории физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов Уральского научно-исследовательского института метрологии.
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
e-mail: alex-shimolin@uniim.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Veniamin M. Zyskin – Leading Engineer, the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation
e-mail: dina2001@yandex.ru, zuskinvm@uniim.ru

Alena V. Sobina – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation
e-mail: sobinaav@uniim.ru

Alexander Yu. Shimolin – Senior Engineer, the Laboratory of Physical and Chemical Methods for Metrological Certification of Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology. 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation
e-mail: alex-shimolin@uniim.ru

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ КВАРЦЕВОГО ПЕСКА

©Е. П. Собина

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологи»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация
E-mail: 251@uniim.ru, ORCID: 39062306800

Поступила в редакцию 29 сентября 2017 г., после доработки – 6 октября 2017 г.

Принята к публикации – 8 октября 2017 г.

Представлены результаты исследований по разработке стандартного образца удельной поверхности кварцевого песка, который является практически непористым и, соответственно, имеет низкие значения удельной поверхности $\sim 0,8 \text{ м}^2/\text{г}$. Проведена оценка стандартной неопределенности от неоднородности материала стандартного образца, стандартной неопределенности от нестабильностью материала стандартного образца, а также стандартной неопределенности характеристики с использованием Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов ГЭТ 210-2014. Метрологические характеристики стандартного образца определены с применением низкотемпературного газоадсорбционного метода. В качестве адсорбата для повышения точности измерений использовался криптон.

Ключевые слова: оксид кремния, стандартный образец, государственный первичный эталон, песок, непористые вещества, малопористые вещества, адсорбция газов, газопроницаемость порошков, термогравиметрический анализ

Ссылка при цитировании:

Собина Е. П. Разработка стандартного образца удельной поверхности кварцевого песка // Стандартные образцы. 2017. № 2. С. 21–26. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-21-26.

For citation:

Sobina E. P. Development of a certified reference material for specific surface area of quartz sand. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2016, vol. 13, No. 2, pp. 21–26. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-21-26 (In Russ.).

DEVELOPMENT OF A CERTIFIED REFERENCE MATERIAL FOR SPECIFIC SURFACE AREA OF QUARTZ SAND

©Egor P. Sobina

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
Ekaterinburg, the Russian Federation
e-mail: 251@uniim.ru, ORCID: 39062306800

Received – September 29, 2017; Revised October 6, 2017

Accepted for publication – October 8, 2017

The paper presents results of a research on the development of a certified reference material (CRM) for specific surface area of quartz sand, which is practically non-porous, and therefore has low specific surface area value $\sim 0.8 \text{ m}^2/\text{g}$. The standard uncertainty due to RM inhomogeneity, the standard uncertainty due to RM instability, as well as the standard uncertainty due to characterization were estimated using the State Primary Standard GET 210-2014 for Units of Specific Absorption of Gases, Specific Surface Area, Specific Volume, and Pore Size of Solid Substances and Materials. The metrological characteristics of the CRM were determined using a low-temperature gas adsorption method. Krypton was used as an adsorbate to increase measurement accuracy.

Key words: silicon dioxide, reference material, state primary standard, sand, non-porous substances, low-porous substances, gas adsorption, gas permeability of powders, thermogravimetric analysis

Введение

В промышленности имеется необходимость контроля качества удельной поверхности непористых или малопористых веществ (песок, цемент, керамика и др.) с величиной удельной поверхности от 0,1 до 1,0 м²/г. Однако до сих пор в России отсутствует стандартный образец (СО), имеющий аттестованное значение удельной поверхности в данном диапазоне. Величина удельной поверхности косвенно показывает характерный размер частиц порошков, а также во многом от величины удельной поверхности зависит газопроницаемость порошков, что очень важно для контроля технологических процессов на всех стадиях промышленного цикла. Для метрологического обеспечения в ФГУП «УНИИМ» был создан Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов ГЭТ 210–2014¹ [1], который успешно участвовал в ключевых сличениях ССQM-K136 «Ключевые сличения в области измерений характеристик пористости нанопористого оксида алюминия» [2] и в на-

стоящее время имеет 16 строк калибровочных и измерительных возможностей (СМС – Calibration and Measurement Capabilities) в базе данных МБМВ [3].

Данная работа посвящена созданию СО удельной поверхности кварцевого песка QSiO₂ СО УНИИМ.

Материалы и методы

Исходный материал СО – кварцевый песок производства SIGMA-ALDRICH². Преобладающий размер частиц кварцевого песка составляет 34 мкм по результатам измерений с помощью лазерного гранулометра SALD. Для выбора оптимальных условий подготовки образца материал СО кварцевого песка был проанализирован методами термогравиметрического анализа, сопряженного с дифференциальной сканирующей калориметрией и масс-спектрометрией для контроля выделяющихся газообразных веществ. Показано, что постоянная масса достигается уже при температуре 150 °С. В итоге были выбраны условия для очистки материала стандартного образца от сорбированных на его поверхности веществ путем его нагревания в вакууме. Рекомендуемый режим подготовки образца к измере-

¹ ГЭТ 210–2014. Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов // Росстандарт [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/08_standard/2list.aspx?z=&n=210-2014&r=.

² 83340 Sand, white quartz // SIGMA-ALDRICH [сайт]. URL: www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigald/83340?lang=en®ion=RU.

ниям: вакуумирование пробы со скоростью 0,67 кПа/с до остаточного давления 1,3 Паи вакуумирование в течение 10 минут, затем медленный нагрев со скоростью не более 5 °С/мин. до 150 °С и выдерживание при данной температуре в вакууме в течение 1 часа. Для получения изотерм адсорбции проводили измерения значений удельной адсорбции криптона/азота (моль/кг) или сорбционной емкости криптона/азота (см³/г) при температуре жидкого азота при соответствующих значениях относительных давлений (P/P_0). Первое значение P/P_0 на изотерме 0,01, последующие точки выбирали в зависимости от адсорбата, последнее $-P/P_0=0,30$ для криптона и $P/P_0=0,99$ для азота. Коэффициент неидеальности азота $-0,464 \cdot 10^{-6} \text{Па}^{-1}$ при температуре жидкого азота 77,35 К, коэффициент неидеальности криптона $-0,225 \cdot 10^{-6} \text{Па}^{-1}$ при температуре жидкого азота 77,35 К.

Для проведения измерений удельной поверхности использовали модель Брунауэра, Эммета, Теллера (БЭТ) [4]. Удельную поверхность измеряли не менее, чем по десяти точкам в диапазоне P/P_0 от 0,05 до 0,30 в случае использования азота в качестве адсорбата. Площадь, занимаемая одной молекулой азота, 0,162 нм². Удельную поверхность также измеряли не менее, чем по десяти точкам в диапазоне P/P_0 от 0,05 до 0,23 в случае использования криптона в качестве адсорбата. Площадь, занимаемая одной молекулой криптона, 0,210 нм². Результаты измерений удельной поверхности с использованием азота и криптона хорошо согласуются между собой.

По результатам измерений газоадсорбционным методом с использованием в качестве адсорбата азота получено, что для материала СО характерен II тип изотерм сорбции [4], который наблюдается для непористых и макропористых веществ (рис. 1).

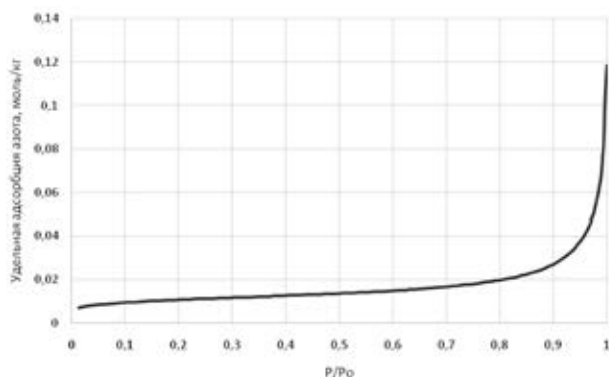


Рис. 1. Изотерма сорбции азота кварцевым песком при 77,35 К, полученная на ГЭТ 210-2014

Fig. 1. Sorption isotherm for nitrogen onto quartz sand at 77,35 K, obtained with the help of GET 210-2014

Определение метрологических характеристик СО

Для определения удельной поверхности SiO_2 был использован ГЭТ 210-2014 Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов, который имеет метрологические характеристики, приведенные в работе [1]. Для установления метрологических характеристик СО в качестве адсорбата был выбран криптон, т. к. данный СО кварцевого песка имеет низкие значения удельной поверхности и более высокая чувствительность измерений наблюдается в случае применения криптона, т. к. для него характерны более низкие значения давления насыщенных паров по сравнению с азотом [4].

Исследование однородности СО

Исследование однородности материала образцов проводили в соответствии с ГОСТом [5]. Материал СО был тщательно перемешан и расфасован по 25 г в стеклянные банки в количестве 40 экз. Отбирали от 1 партии случайным образом ($N=7$ экземпляров) и проводили ($J=2$) измерения удельной поверхности кварцевого песка. Оценка стандартной неопределенности, обусловленной неоднородностью, представлена в табл. 1.

Стандартную неопределенность, обусловленную неоднородностью между экземплярами, оценивали по формуле

$$u_n = \sqrt{(MS_s - MS_1)/J}, \quad (1)$$

где

$$MS_s = J \sum_{n=1}^N (\bar{X}_n - \bar{\bar{X}})^2 / (N-1)$$

– дисперсия между результатами, полученными для разных банок с СО;

– дисперсия, обусловленная результатами измерений величины в одном экземпляре; x_{nj} – j -й результат единичного измерения величины в n -м экземпляре;

$$\bar{X}_n = \sum_{j=1}^J X_{nj} / J; \quad \bar{\bar{X}} = \sum_{n=1}^N \bar{X}_n / N.$$

Повторяемость измерений в данном случае сравнима с их прецизионностью, поэтому в случае, если $MS_s \leq MS_1$, стандартную неопределенность оценивали как

$$u_n = \sqrt{MS_1 / J \sqrt{2/\nu_{MS_1}}}, \quad (2)$$

$\nu_{MS_1} = N(J-1)$ – число степеней свободы.

Таблица 1. Оценка стандартной неопределенности, обусловленной неоднородностью для удельной поверхности БЭТ (S(БЭТ))

Table 1. Estimate of standard uncertainty due to inhomogeneity for specific surface area of BET (S(BET))

Номер экземпляра СО	Результаты измерений в условиях повторяемости, S (БЭТ), м ² /г		Размах, r, м ² /г	Стандартное отклонение СКО, м ² /г
1	0,8140	0,8097	0,0043	0,0030
2	0,8081	0,8240	-0,0159	0,0112
3	0,8100	0,8120	-0,0020	0,0014
4	0,8140	0,8150	-0,0010	0,0007
5	0,8072	0,8262	-0,0190	0,0134
6	0,8235	0,8248	-0,0013	0,0009
7	0,8256	0,7896	0,0360	0,0255
Стандартная неопределенность от неоднородности (СКО от неоднородности), м ² /г				0,006

Исследование стабильности стандартного образца

Стабильность СО, выражающуюся в неизменности значений аттестованной характеристики во времени при соблюдении условий хранения и применения, исследовали классическим методом согласно рекомендациям, приведенным в ГОСТе [5]. Результаты измерений обрабатывали методом регрессионного анализа[5]:

$$y = A + b_1 t, \quad (3)$$

где y – удельная поверхность кварцевого песка, A – аттестованное значение удельной поверхности стандартного образца, b_1 – неопределенный коэффициент модели, оцениваемый методом наименьших квадратов; t – число дней, прошедших с момента начала исследования стабильности материала СО. Результаты представлены в табл. 2.

После оценки коэффициента b_1 оценивали значимость коэффициента регрессии по t -критерию. Сравнивали полученное значение t с квантилем распределения Стюдента. Гипотезу о незначимости коэффициента регрессии b_1 принимали, если выполняется неравенство

$$\hat{t} \leq t_{f; 0,95}. \quad (4)$$

В случае если коэффициент регрессии b_1 незначим, то стандартную неопределенность, обусловленную нестабильностью, рассчитывали по формуле

$$u_s = t_p u_{b_1} \quad (5)$$

где t_p – интервал времени (количество дней), в котором необходимо оценить неопределенность; u_{b_1} – стандартная неопределенность коэффициента регрессии b_1 .

Аттестованное значение СО $\hat{A}$ оценивали как среднеарифметическое всех результатов:

$$\hat{A} = \bar{X} = \hat{A} = \bar{X} \sum_{i=1}^n X_i / n. \quad (6)$$

Расширенную неопределенность аттестованного значения оценивали как

$$U = 2\sqrt{u_A^2 + u_B^2 + u_n^2 + u_{нд}^2} \quad (7)$$

где u_A – стандартная неопределенность типа А, оцениваемая по экспериментальным данным согласно ГОСТу [6]; u_B – стандартная неопределенность типа В в соответствии с паспортом на ГЭТ 210-2014; $u_{нд}$ – стандартная неопределенность, обусловленная неоднородностью СО.

Таблица 2. Оценка стандартной неопределенности, обусловленной нестабильностью

Table 2. Estimate of standard uncertainty due to instability

Аттестованная характеристика	Наклон зависимости b_1	Стандартная неопределенность b_1, u_{b_1}	Стандартная неопределенность, обусловленная нестабильностью $u_n (t=360 \text{ дней} \approx 1 \text{ год}), \text{ м}^2/\text{г}$
Удельная поверхность (БЭТ)	-0,0001	0,00005	0,008

Таблица 3. Бюджет неопределенности аттестованных значений стандартных образцов
Table 3. Uncertainty budget for certified values of reference materials

Аттестованная характеристика	Значение характеристики	u_h	u_s	u_B	u_A	$U, k=2$	$U, \%, k=2$
Удельная поверхность (БЭТ), м ² /г	0,815	0,008	0,006	0,006	0,004	0,025	3,0

Бюджет неопределенности аттестованного значения СО приведен в табл. 3. Документы на разработанный СО оформлены в соответствии с [6].

Разработанный СО по своим метрологическим характеристикам соответствует требованиям к рабочим эталонам первого разряда в соответствии с [7].

Для оценки пригодности СО и исследования его коммутативности были проведены измерения в сторонних лабораториях и показана применимость разработанного СО не только для газоадсорбционного метода, но и для метода на основе воздухопроницаемости (реализованного, в частности, на приборах ПСХ-11 и др.). Проведенные испытания показали пригодность разработанного СО для поверки и калибровки различных типов газоадсорбционных анализаторов.

Заключение

В результате проведенных исследований создан СО удельной поверхности кварцевого песка (SiO₂СО УНИИМ). СО расфасован по 25 г в банки с завинчивающимися крышками. Срок годности СО 12 месяцев.

СО предназначен для калибровки средств измерений и контроля точности результатов измерений удельной поверхности. СО может применяться для поверки СИ и аттестации методик измерений сорбционных характеристик нанопористых материалов, для испытаний СИ и СО в целях утверждения типа и для других видов метрологического контроля при соответствии

его метрологических характеристик установленным требованиям.

СО удельной поверхности кварцевого песка (SiO₂СО УНИИМ) имеет прямую прослеживаемость к ГЭТ 210-2014.

Разработанный СО удельной поверхности кварцевого песка (SiO₂СО УНИИМ) внесен в Государственный реестр стандартных образцов утвержденных типов Российской Федерации под номером ГСО 10900–2017 с метрологическими характеристиками, приведенными в описании типа. Сведения о СО представлены в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений³. Материалы по разработке ГСО 10900–2017 направлены в МГС для признания ГСО 10900–2017 в качестве межгосударственного стандартного образца (МСО).

В настоящее время работы по выпуску новых партий и типов СО сорбционных свойств продолжают в лаборатории метрологического обеспечения нанодустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов УНИИМ.

Автор прочел и одобрил окончательный вариант рукописи.

³ ГСО 10900–2017 Стандартный образец удельной поверхности кварцевого песка (QSiO₂ СО УНИИМ) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=ГСО%2010900-2017.

ЛИТЕРАТУРА

1. Собина Е. П. Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов. // Измерительная техника. 2015. № 10. С. 3–7
2. Sobina E., Zimathis A., Prinz C., Emmerling F., Unger W., R. de Santis Neves, Galhardo C. E., E. De Robertis, Wang H., Mizuno K. and Kurokawa A. Final report of CCQM-K136 Measurement of porosity properties (specific adsorption, BET specific surface area, specific pore volume and pore diameter) of nanoporous Al₂O₃ // Metrologia, 2016, Vol.53, № 1a, C. 1–39. DOI: 10.1088/0026-1394/53/1A/08014.

REFERENCES

1. Sobina E. P. National primary standard GET 210-2014 for the units of specific absorption of gases, specific surface, specific volume, and pore size of solid substances and materials. Measurement Techniques. 2016, Vol.58, № 10, pp. 1083–1089
2. Sobina E., Zimathis A., Prinz C., Emmerling F., Unger W., R. de Santis Neves, Galhardo C. E., E. De Robertis, Wang H., Mizuno K. and Kurokawa A. Final report of CCQM-K136 Measurement of porosity properties (specific adsorption, BET specific surface area, specific pore volume and pore diameter) of nanoporous Al₂O₃ // Metrologia, 2016, Vol.53, № 1a, pp. 1–39. DOI: 10.1088/0026-1394/53/1A/08014.

3. Amount of substance, Advanced materials, Russian Federation, VNIIM (D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Rosstandart) UNIIM (Ural Scientific and Research Institute for Metrology, Rosstandart) // BIPM [сайт]. URL www.kcdb.bipm.org/AppendixC/QM/RU/QM_RU_9.pdf (дата обращения: 12.09.2017).

4. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. М.: Мир, 1984. 306 с.

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

6. ГОСТ Р 54500.1–2011/Руководство ИСО/МЭК 98–1:2009. Неопределенность измерения. Часть 1. Введение в руководства по неопределенности измерения. М.: Стандартиформ, 2012. 22 с.

7. Собина Е. П. Разработка государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов. // Измерительная техника. № 4. 2017. С. 65–67.

3. Amount of substance, Advanced materials, Russian Federation, VNIIM (D. I. Mendeleyev Institute for Metrology, Rosstandart) UNIIM (Ural Scientific and Research Institute for Metrology, Rosstandart). Available at: http://www.kcdb.bipm.org/AppendixC/QM/RU/QM_RU_9.pdf.

4. Greg S., Sing K. Adsorption, specific surface area, porosity. Moscow, MirPub., 1984, 306 p.

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

6. GOST R 54500.1–2011/ISO/IEC Guide 98–1:2009 Uncertainty of measurement. Part 1. Introduction to guides on uncertainty in measurement. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 24 p. (In Russ.).

7. Sobina E. P. Development of a state verification scheme for instruments measuring the specific adsorption of gases and specific surface area, specific volume, and size of pores of solid substances and materials. Measurement Techniques. 2017, Vol.60, № 4, pp. 309–402

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Собина Егор Павлович – канд. хим. наук, заместитель директора по инновациям, заведующий лабораторией метрологического обеспечения и наноиндустрии Уральского научно-исследовательского института метрологии, член-корреспондент Метрологической академии.
Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: 251@uniim.ru
ORCID: 39062306800

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Egor P. Sobina – Cand. Sci. (Chem.), Deputy Director for Innovation, Head of laboratory of metrological assurance and nanoindustry, Ural Research Institute for Metrology (UNIIM), corresponding member of the Russian Academy of Metrology.
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation
e-mail: 251@uniim.ru
ORCID: 39062306800

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-27-36

УДК 543.61: 53.088

СОЗДАНИЕ МЕТОДИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОСНОВНЫХ КОМПОНЕНТОВ В РЕАКТИВАХ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ДЛЯ СИНТЕЗА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА

© М. А. Домбровская, Д. Г. Лисиенко, Е. Д. Кубрина

ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,
г. Екатеринбург, Российская Федерация

E-mail: margodomb@yandex.ru, ORCID: 6508251461

Поступила в редакцию 1 марта 2017 г., после доработки – 28 июня 2017 г.

Принята к публикации – 13 июля 2017 г.

Актуальность исследования. В статье обоснована необходимость разработки и аттестации методик анализа реактивов, применяемых для введения элементов в стандартные образцы состава, аттестуемые по процедуре приготовления.

Цель работы. Разработка и аттестация методик определения содержания основного компонента в реактивах, используемых для приготовления стандартных образцов состава.

Методы исследования. Гравиметрия, титриметрия, атомный эмиссионный спектральный анализ с дуговым возбуждением, атомный эмиссионный спектральный анализ с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения, масс-спектральный анализ с индуктивно связанной плазмой в качестве источника ионов.

Результаты. Оценены характеристики погрешности результатов измерений, получены Свидетельства об аттестации методик, сведения внесены в Федеральный информационный фонд.

Ключевые слова: реактивы, реагенты-носители, методики измерений, концентрация основного компонента, тетраборат натрия, гидроксохлорид рутения, нитрат родия, перренат аммония, суспензия оксида кремния, погрешность, неопределенность измерений, стандартные образцы состава

Ссылка при цитировании:

Домбровская М. А., Лисиенко Д. Г., Кубрина Е. Д. Создание методик определения содержания основных компонентов в реактивах, используемых для синтеза стандартных образцов состава // Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 2. С. 27–36. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-27-36.

For citation:

Dombrovskaya M. A., Lisienko D. G., Kubrina E. D. Creating procedures for determining the content of main components in reagents used for synthesizing certified reference materials for composition. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2017, vol. 13, no. 2, pp. 27–36. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-27-36 (In Russ.)

CREATING PROCEDURES FOR DETERMINING THE CONTENT OF MAIN COMPONENTS IN REAGENTS USED FOR SYNTHESIZING CERTIFIED REFERENCE MATERIALS FOR COMPOSITION

© Margarita A. Dombrovskaya, Dmitriy G. Lisienko, Evgeniya D. Kubrina.

Ural Federal University named after the first President of Russia B. N. Yeltsin,
Ekaterinburg, the Russian Federation
E-mail: margodomb@yandex.ru

Received – March 1, 2017; Revised – June 28, 2017
Accepted for publication – July 13, 2017

Actuality of the research. *The need for the development and validation of analysis methods of reagents used for the introduction of elements into reference materials, certified according to the procedure of preparation.*

The purpose. *Development and certification of methods for determining the content of the main component in the reagents used to prepare reference materials.*

Research methods. *Gravimetry, titration, atomic emission spectral analysis with arc excitation, atomic emission spectral analysis with inductively coupled plasma as an excitation source, mass spectral analysis with inductively coupled plasma as ion source.*

Results. *The characteristics of the error of the measurement results are estimated, the Certificates of Attestation of the methods are received, the information is included in the Federal Information Fund.*

Key words: methods of determination of the content of the main component, the error (uncertainty) of measurements, certified reference materials

Используемые в статье сокращения

АИЦ-РАЛ – аналитический испытательный центр –
Российская арбитражная лаборатория испытаний
материалов ядерной энергетики УрФУ
АЭ ДВ – атомно-эмиссионный спектральный анализ
с дуговым возбуждением
ГР – головной раствор аттестуемого элемента
ICP-MS – масс-спектральный анализ с индуктивно
связанной плазмой в качестве источника ионов;
ICP-OE – атомно-эмиссионный спектральный анализ
с индуктивно связанной плазмой в качестве источни-
ка возбуждения
МАЭС – линейный анализатор многоканальный
атомно-эмиссионных спектров
НСП – неисключенная систематическая погрешность
результата измерений
СКО – стандартное отклонение результата измерения
СО – стандартные образцы состава
УрФУ – ФГАОУ ВО «Уральский федераль-
ный университет имени первого Президента
России Б. Н. Ельцина»
ФГУП «УНИИМ» – ФГУП «Уральский научно-исследо-
вательский институт метрологии»

Abbreviations used in the article

AFC-RAL – Analytical Field Center – Russian Arbitration
Laboratory for Testing of Nuclear Engineering Materials,
UrFU
AE AE – atomic emission spectral analysis with arc
excitation
SS – stock solution of the element being certified
ICP-MS – inductively coupled plasma mass spectrometry
ICP-OE – inductively coupled plasma atomic emission
spectrometry
MAES – multichannel linear analyzer of atomic emission
spectra
RSE – residual systematic error of the measurement result
SD – standard deviation of the measurement result
CRMs – certified reference materials for composition
UrFU – Federal State Autonomous Educational Institution
of Higher Education «Ural Federal University named after
the first President of Russia B. N. Yeltsin»
FGUP «UNIIM» – Federal State Unitary Enterprise «Ural
Research Institute for Metrology»

Введение

Важным методом изготовления и аттестации СО состава является способ, основанный на комбинированной расчетно-экспериментальной процедуре в соответствии с МИ 1992 [1]. Данный метод хорошо зарекомендовал себя для создания СО чистых материалов, используемых в элементном анализе методами эмиссионной и (или) масс-спектрометрии при определении низких концентраций контролируемых элементов в диапазоне от $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-1} \%$ [2, 3]. В аналитическом испытательном центре – Российская арбитражная лаборатория испытаний материалов ядерной энергетики (АИЦ-РАЛ) УрФУ в реализованных вариантах этого метода технология изготовления СО предполагает введение соединений аттестуемых элементов преимущественно в виде растворов в матрицу специальной очистки с последующей термообработкой, измельчением и гомогенизацией. Для корректного осуществления расчетно-экспериментальной процедуры аттестации требуется установление массовой доли аттестуемых элементов в их реагентах – носителях. В виде таких реагентов могут быть использованы устойчивые химические соединения в виде химических реактивов, металлы или специальным образом приготовленные растворы с достаточно высокой концентрацией элемента. Стандартизованная методика определения содержания основного вещества в химических реактивах и особо чистых веществах ГОСТ 10398 [4] распространяется на ограниченный круг реагентов – носителей. При анализе металлов высокой чистоты массовую долю металла оценивают расчетом по разности: $(100 - \sum \text{контролируемых примесей}), \%$ [5, 6]. При этом перечень определяемых элементов охватывает только те примеси, содержание которых регламентировано в документах на марки металла. В связи с достаточно большим числом анализов в современных материалах и соответственно перечнем аттестуемых элементов в изготавливаемых СО необходимо совершенствование и/или разработка методик измерений состава используемых реагентов – носителей.

Экспериментальная часть – разработка методик измерений

Из-за того, что погрешность установления концентрации основного вещества в реагентах – носителях аттестуемых элементов является одной из компонент, формирующих погрешность аттестованного значения СО, предпочтительно использовать методы, характеризующиеся высокой точностью. В их число входят такие первичные методы, как гравиметрия и титриметрия [7].

При этом в зависимости от вида реагента – соединения (металл) в исходном состоянии или раствор, приготовленный из соединения, – были созданы две группы методик. В качестве прототипов методик использовали известные методики измерений, основанные на основных типах химических реакций, применяемых в аналитической химии [8–11].

В первую группу вошли методики анализа исходных соединений, таких как тетраборат натрия, раствор нитрата родия (III), гидроксохлорид рутения (IV) и перенат аммония.

Определение массовой доли тетрабората натрия (бора и натрия) в тетраборате натрия, массовой доли родия в растворе родия азотнокислого и рутения в гидроксохлориде рутения осуществлено методом гравиметрии. В методиках указаны условия получения гравиметрических форм, которые предполагали осуществление специальных операций. Так, подготовка тетрабората натрия к анализу требует обязательной перекристаллизации реактива для получения 10-водного кристаллогидрата, так как при хранении он подвергается дегидратации, теряя кристаллизационную воду [12]. Гравиметрической формой является безводный тетраборат натрия, который получают в результате прокалки исходного соединения при 800°C .

Для солей родия и рутения гравиметрическими формами являются металлы, условия получения которых требуют предварительного разложения солей в ходе термообработки на воздухе с последующим восстановлением поверхностных оксидных пленок в токе водорода при 600°C . В связи с повышенной летучестью исходного соединения при нагревании [13] требуется перевод гидроксохлорида рутения в нитрат добавлением азотной кислоты к водному раствору соли. С целью предотвращения окисления металлов и поглощения водорода при остывании охлаждение проводили в вакууме. По технологическим особенностям получения раствора родия азотнокислого и гидроксохлорида рутения в состав солей входят примеси металлов с достаточно высокой концентрацией, достигающей $(1,5\text{--}2)\%$. Для учета содержания примесей выполняли анализ растворов солей по стандартизованным методикам методом эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP OE) [14] и дуговым возбуждением (АЭ ДВ) [15]. Первая методика реализована на спектрометре Optima 2100 DV (Perkin Elmer, США) с включением в градуировочный раствор элементов, наличие которых возможно в анализируемом растворе. Для приготовления градуировочного раствора использовали СО растворов утвержденных типов, табл. 1.

Таблица 1. СО утвержденных типов, используемые для приготовления градуировочных растворов
 Table 1. Type approved reference materials used for preparing calibration solutions.

№ п/п	Производитель	Стандартный образец утвержденного типа
1	ООО «Центр стандартных образцов высокой чистоты» г. Санкт-Петербург*	ГСО 7205–95 СО состава водных растворов ионов титана (IV) ГСО 8086–94 СО состава водных растворов ионов молибдена (VI) ГСО 7998–93 СО состава водных растворов ионов меди ГСО 7854–2000 СО состава раствора ионов алюминия (42K) и др.
2	ООО «Уральский завод химреактивов» г. Верхняя Пышма**	ГСО 7254–96 СО состава раствора ионов железа (III) ГСО 7256–96 СО состава раствора ионов цинка ГСО 7257–96 СО состава раствора ионов хрома (VI) ГСО 7264–96 СО состава раствора ионов мышьяка (III) ГСО 7265–96 СО состава раствора ионов никеля ГСО 7266–96 СО состава раствора ионов марганца (II) ГСО 7267–96 СО состава раствора ионов ванадия (V) ГСО 7268–96 СО состава раствора ионов кобальта
3	ООО «Экохим» г. Санкт-Петербург	ГСО 7682–99 СО состава водного раствора ионов кальция и др.
4	АИЦ-РАЛ УрФУ г. Екатеринбург***	ГСО 8387–2003 СО состава раствора ионов тория (IV) ГСО 8388–2003 СО состава раствора ионов европия (III) ГСО 8389–2003 СО состава раствора ионов самария (III) ГСО 8390–2003 СО состава раствора ионов гадолиния (III) ГСО 8391–2003 СО состава раствора ионов диспрозия (III) ГСО 8392–2003 СО состава раствора ионов урана (VI) ГСО 8552–2004 СО состава раствора ионов гафния (IV) ГСО 8553–2004 СО состава раствора ионов празеодима (III) ГСО 8554–2004 СО состава раствора ионов ниобия (V) ГСО 8855–2007 СО состава раствора ионов рения (VII) ГСО 8856–2007 СО состава раствора ионов рутения (IV) ГСО 8857–2007 СО состава раствора ионов тантала (V) ГСО 8858–2007 СО состава раствора ионов циркония (IV) ГСО 8911–2007 СО состава раствора ионов циркония (IV) ГСО 8912–2007 СО состава раствора ионов церия (III)

* ООО «Центр стандартных образцов высокой чистоты» г. Санкт-Петербург // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/2list.aspx?z=%D0%A6%D0%A1%D0%9E%D0%92%D0%92.

** ООО «Уральский завод химреактивов» // Росстандарт [сайт]. URL: Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/2list.aspx?z=%D0%A3%D0%97%D0%A5%D0%9F.

*** Аналитический испытательный центр – Российская арбитражная лаборатория испытаний материалов ядерной энергетики УрФУ (АИЦ-РАЛ) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/2list.aspx?z=%D0%A3%D1%80%D0%A4%D0%A3

В качестве разбавителей применяли воду и кислоты специальной очистки. Вторая методика осуществлена на спектрометре PGS-2 («Карл

Цейсс Йена», ГДР) при возбуждении дуги переменного тока генератором «Везувий» (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск) и фотоэлек-

тронной регистрации спектров анализатором МАЭС (ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск). Градуировку выполняли по СО состава графита и графитовых коллекторов микропримесей утвержденных типов, выпущенных АИЦ-РАЛ УрФУ:

- ГСО 4166–87/4171–87 (комплект СОГ-28)¹,
- ГСО 4519–89/4523–89 (МСО 1356:2007, СО КООМЕТ 0102-RU-2011 – комплект СОГ-21)²,
- ГСО 7751–2000 (МСО 1336:2007 – комплект СОГ-24)³,
- ГСО 8487–2003 (МСО 1337:2007 – комплект СОГ-37)⁴,
- ГСО 10777–2016 (комплект СОГ-30)⁵.

Массовую долю родия или рутения в анализируемом реактиве (C , %) вычисляли по формуле:

$$C = \left(\frac{M}{g} \cdot 100 - \sum_i c_i \cdot f_i \right), \quad (1)$$

где M – масса гравиметрической формы, г; g – навеска реактива, г; c_i – массовая доля (%) i -ой примеси в реактиве по результатам анализа, согласованным с паспортными данными на реактив; f_i – стехиометрический фактор, учитывающий химическую формулу соединений металлов-примесей, в виде которых они входят в гравиметрическую форму.

Определение массовой доли рения в перренате аммония выполнено по титриметрической методике. Метод основан на растворении реактива в воде, ионообменном замещении ионов NH_4^+ на ионы водорода, взаимодействии полученного раствора рениевой кислоты с карбонатом натрия, с последующим титрованием избытка карбоната натрия раствором серной кислоты. Конечную точку реакции титрования устанавливали

по изменению окраски индикатора – метилового оранжевого. Для установления концентрации титранта – серной кислоты – использовали ГСО 10450–2014⁶.

Вторая группа включала две гравиметрические методики определения массовой доли кремния в водно-этанольной суспензии и массовой доли металла в растворе его ионов.

Водно-этанольную суспензию с массовой долей кремния от 5,0 до 10,0 % (включительно), полученную взмучиванием мелкодисперсного оксида кремния контролируемой крупности, использовали для достижения достаточно высоких концентраций кремния в СО на уровне (0,1–0,15) % при минимально возможном объеме жидкой фазы [16]. Выделение фракции оксида с диаметром частиц не более 10 мкм проводили методом седиментации [17]. В методике приведены условия получения гравиметрической формы – оксида кремния. Массовую долю кремния вычисляли с использованием гравиметрического фактора [18]. Правильность методики подтверждает сравнение исходных масс емкостей (платиновых чашек), в которых выполняли анализ, с их массой после отгонки SiF_4 . Разница масс должна быть не более 0,0002 г, то есть не превышать предел допускаемой погрешности взвешивания при поверке для весов специального класса точности по ГОСТ Р 53228 [19].

Разработка гравиметрической методики определения массовой доли большой группы металлов (редкоземельных, иттрия, скандия, лантана, циркония, гафния, тория и урана) в растворах их ионов связана с расширением перечня СО утвержденных типов, изготавливаемых в АИЦ-РАЛ. Обоснованием круга определяемых компонентов является устойчивость ионного состояния перечисленных элементов в растворе и достаточно простые общие условия образования и получения гравиметрической формы в виде оксида. Для подавляющего большинства приготавливаемых СО состава растворов процедура синтеза основана на получении ГР с концентрацией аттестуемого элемента в 40–50 раз больше чем в растворе готового образца и гравиметрическом разбавлении ГР фоновым раствором [20]. При определении содержания металла в ГР массовая доля его ионов должна находиться в диапазоне от 40 до 50‰ при условии, что растворенный реагент является реактивом квалификации «чистый для анализа», «химически чистый» или «особо чистый». Такими со-

¹ ГСО 4166–87/4171–87 СО СОСТАВА ГРАФИТОВОГО КОЛЛЕКТОРА МИКРОПРИМЕСЕЙ (комплект СОГ-28) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%204166-87/4171-87.

² ГСО 4519–89/4523–89 СО состава графита (комплект СОГ-21) Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%204519-89/4523-89.

³ ГСО 7751–2000 СО состава графитового коллектора микропримесей (комплект СОГ-24) Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%207751-2000.

⁴ ГСО 8487–2003 СО состава графитового коллектора микропримесей (комплект СОГ-37) Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%208487-2003.

⁵ ГСО 10777–2016 СО состава графитового коллектора микропримесей (комплект СОГ-30) Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%2010777-2016.

⁶ ГСО 10450–2014 СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na_2CO_3 СО УНИИМ) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/view.aspx?regn=%D0%93%D0%A1%D0%9E%2010450-2014.

единениями являются нитраты редкоземельных элементов: церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция; иттрия; тория и урана, а также оксиды-дихлориды гафния и циркония. Массовую долю металла в ГР (C , %) рассчитывали с учетом содержания примесных элементов, которые устанавливали по ГОСТам [14, 15]:

$$C = \frac{M}{m_p \cdot (f_M + \sum C_i^M f_i / 100)} \cdot 1000, \quad (2)$$

где M – масса гравиметрической формы – смеси оксидов, г; m_p – навеска анализируемого раствора (дозирование растворов гравиметрическим способом характеризуется меньшей погрешностью, чем волюмометрическое), г; C_i^M – массовая доля i -примеси относительно аттестуемого элемента по результатам анализа, %; f_M , f_i – факторы пересчета оксида на элемент для аттестуемого элемента и примесей соответственно ($f = M_o / (k \cdot M_s)$, M_o и M_s – молярная масса оксида и элемента соответственно, г/моль; k – стехиометрический коэффициент, равный количеству элемента в молекуле оксида).

Необходимость определения содержания примесей в ГР обусловлена особенностями дальнейшего использования материалов синтезируемых СО. В частности, применение СО для приготовления многокомпонентных градуировочных растворов в методах ICP-OE или ICP-MS обязательно требует учета общего состава таких растворов, который трудно прогнозировать и контролировать при отсутствии сведений о чистоте исходного соединения.

Обсуждение результатов – оценивание погрешности (неопределенности) методик

Общий подход по выделению и оцениванию значений составляющих характеристики погрешности результата анализа основан на алгоритмах, приведенных в ГОСТ Р 8.736 [21]. При обработке результатов измерений рассчитывали СКО, характеризующие их рассеяние, что аналогично вычислению значений стандартной неопределенности типа А [22]. Значение стандартной неопределенности типа В эквивалентно стандартному отклонению НСП результата измерений [23]. Конкретное численное значение показателя точности устанавливали в ходе применения методик. Переход от СКО к значениям погрешности осуществлен с учетом объема выборки и наиболее часто наблюдаемого характера распределения результатов анализа и их погрешности [23, 24], что позволяет присвоить зна-

чения соответствующих квантилей (K) коэффициентам охвата при расчете расширенной неопределенности. Это дает возможность охарактеризовать результаты анализа совпадающими значениями погрешности и неопределенности при выбранном уровне доверительной вероятности $P=0,95$.

Для минимизации погрешности измерений все разработанные методики реализовывали в условиях повторяемости. Уменьшение случайной погрешности достигали выполнением не менее 5 параллельных определений (N).

Границы случайной погрешности результата ($\pm \varepsilon$, % или %) вычисляли по формуле:

$$\varepsilon = \pm t_{P,N} \cdot S_{\bar{C}}, \quad (3)$$

где $t_{P,N}$ – коэффициент Стьюдента при двусторонней доверительной вероятности 0,95 и числе результатов N ; $S_{\bar{C}}$ – стандартное отклонение, характеризующее случайные погрешности измерения среднего значения ($\bar{C}$) массовой доли аттестуемого элемента в анализируемом реагенте или растворе (% или %), равное:

$$S_{\bar{C}} = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \cdot \sum_{k=1}^N (C - \bar{C})^2}. \quad (4)$$

Границы НСП результата измерений массовой доли определяемого компонента в гравиметрических методиках (θ_c) для водно-этанольной суспензии оксида кремния и тетрабората натрия обусловлены погрешностью измерения массы гравиметрической формы и навески исходного препарата и были рассчитаны как

$$\theta_c = \pm \sqrt{\bar{C}^2 \cdot \delta_c^2} / 100, \quad (5)$$

где $\delta_c^2 = \delta_M^2 + \delta_g^2$ – относительная погрешность взвешивания (%), включающая относительные погрешности измерения массы гравиметрической формы M ($\delta_M = 100\Delta/M$) и исходной навески g ($\delta_g = 100\Delta/g$), Δ – абсолютная погрешность отбирания навесок на весах, г.

В случаях анализа гидроксохлорида рутения, раствора родия азотнокислого и головных растворов относительная НСП (δ_c , %) включает кроме погрешностей взвешивания еще и погрешность установления примесного состава анализируемого объекта. Относительную погрешность результата измерения массовой доли i -той примеси в растворе C_i^M (%), выраженную в долях, (δ_i) принимали равной 0,5; для элементов с содержанием ниже предела обнаружения методики $C_{i\text{ПО}}^M$, которые не учитывали при расчете концентрации аттестуемого элемента, δ_i принимали равной 1, при $C_i^M = C_{i\text{ПО}}^M/2$.

Таким образом, границы относительной НСП вычисляли по формуле:

$$\delta_C^2 = \pm 1,1^2 \cdot \left[\delta_M^2 + \delta_{g(p)}^2 + \sum (\delta_i C_i^M f)^2 \right], \quad (6)$$

где $\delta_{g(p)}$ – относительная погрешность измерения массы исходного соединения или раствора, %; f – фактор пересчета для примесного компонента к его оксиду, который можно принять для подавляющего большинства элементов Периодической системы равным 1,2, вычисление точного значения фактора смысла не имеет, так как существенно не изменит значение погрешности.

Границы НСП результата в титриметрической методике ($\pm \theta_C$, %) при доверительной вероятности $P=0,95$ рассчитывали в соответствии с законом накопления погрешностей на основе анализа составляющих компонент или по условиям формирования бюджета неопределенности:

$$\theta_C = \pm 1,1 \sqrt{\theta_{uc}^2 + \bar{C}^2 (\delta_{uc}^2 + \delta_{kc}^2)} \quad (7)$$

$$\theta_{uc}^2 = \left(C \frac{\Delta m}{m} \right)^2 + \left(\frac{M}{m} \right)^2 \left[\left(\frac{2A}{M_o} \Delta m \right)^2 + \left(\frac{2m_o}{M_o} \Delta A \right)^2 + \left(\frac{V}{10} \Delta C_{\kappa} \right)^2 + \left(\frac{C_{\kappa}}{10} \Delta V \right)^2 \right], \quad (8)$$

где θ_{uc} – инструментальная погрешность измерений, обусловленная использованными средствами измерений, СО и растворами титрантов, %;

m, m_o – навески перрената аммония и карбоната натрия соответственно, г;

M, M_o – молярные массы перрената аммония и карбоната натрия соответственно, г/моль;

Δm – абсолютная погрешность отбора навески пробы и СО, г;

A – аттестованное значение массовой доли карбоната натрия в СО утвержденного типа, %;

ΔA – абсолютная погрешность аттестованного значения СО, %;

ΔC_{κ} – погрешность установления молярной концентрации эквивалента C_{κ} рабочего раствора серной кислоты, моль/дм³;

V – объем раствора серной кислоты, пошедший на титрование, см³;

ΔV – погрешность измерения объема серной кислоты бюреткой, см³;

δ_{kc} – значение относительной химической составляющей погрешности процедуры титрования, обуслов-

ленное различием конечной точки титрования и точки эквивалентности [25], доли;

δ_{kc} – значение относительной капельной составляющей погрешности процедуры титрования, определяемое объемом капли, формируемой бюреткой [26], доли.

Суммарное стандартное отклонение результата анализа (S_{Σ}) во всех методиках рассчитывали по формуле:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{\theta_C^2}{3,6} + S_C^2}. \quad (9)$$

Границы погрешности значения массовой доли определяемого компонента ($\pm \Delta \bar{C}$, %) при двусторонней доверительной вероятности $P=0,95$ находили как

$$\pm \Delta \bar{C} = \pm K \cdot S_{\Sigma}, \quad (10)$$

где K – квантильный коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности измерений

$$K = \frac{\varepsilon + \theta_C}{S_C + \sqrt{\frac{\theta_C^2}{3,6}}}. \quad (11)$$

В соответствии с рекомендациями [27] обработкой большого числа результатов измерений (не менее 20) оценены приписанные значения показателей прецизионности: относительных стандартных отклонений повторяемости и промежуточной прецизионности ($\sigma_{r(R)}$). Показатель правильности результатов установлен как границы относительной НСП ($\pm \delta_{ncn}$) [21, 27, с. 41]. Значения этих характеристик и показателя точности результатов в виде предельного значения оценки относительной погрешности ($\pm \delta_{jt}$) приведены в табл. 2. Для всех методик при регламентированном числе результатов измерений (не менее 5) значения случайной составляющей погрешности оказываются меньше НСП, а оценка относительной погрешности результата не превышает 1 %. Это отвечает требованиям, предъявляемым к показателям точности методик установления содержания основного компонента (элемента) в соединениях, которые применяют для приготовления СО состава.

Такое соотношение составляющих погрешности требует тщательного выделения всех компонент НСП и оценивания их значений. Обоснованность алгоритмов установления характеристик погрешности в разработанных методиках подтверждает согласованность полученных значений показателей точности с соответствующими характеристиками титриметрической

Таблица 2. Значения показателей повторяемости (промежуточной прецизионности), правильности и точности разработанных методик измерений при доверительной вероятности $P=0,95$

Table 2. Values for repeatability (intermediate precision), trueness and accuracy of developed measurement procedures with the level of confidence $P=0,95$

Объект анализа	Диапазон измерений массовой доли компонента, % (‰)	Определяемый компонент	Метрологические характеристики		
			Относительное стандартное отклонение повторяемости (промежуточной прецизионности) $\sigma_{r(R)}, \%$	Границы относительной НСП $\pm \delta_{исп}, \%$	Границы относительной погрешности результата $\pm \delta_{л}, \%$
Водно-этанольная суспензия SiO_2	от 5 до 10 вкл.	Si	0,3	0,4	0,5
Натрий тетраборнокислый 10-водный	от 52,3 до 53,3 вкл.	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (B, Na)	0,08	0,10	0,20
Рутения (IV) гидроксохлорид	от 90 до 100 вкл. (от 40 до 50 вкл.)	RuOHCl_3 (Ru)	0,29	0,7	0,8
Раствор родия (III) азотнокислого	от 50 до 100 вкл. (‰)	Rh	0,4	0,6	0,8
Перренат аммония	от 99,0 до 100,0 вкл.	NH_4ReO_4	0,3	0,7	0,9
Растворы металлов	от 40 до 50 вкл. (‰)	Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y, Sc, La, Th, U, Zr, Hf	0,3	0,4	0,5

методики комплексонометрического определения содержания основного вещества в соединениях металлов по ГОСТ 10398 [4].

Выводы

Разработаны методики измерений, основанные на применении первичных методов анализа и предназначенные для определения содержания основного компонента в реагентах-носителях аттестуемых элементов при синтезе СО состава. Приписанные значения границ относительной погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ для всех методик не превысили 1 %. Методики аттестованы ФГУП «УНИИМ», сведения внесены в Федеральный информационный фонд. Создание

методик, установление их метрологических характеристик обеспечивает высокую надежность оценок погрешности аттестованных значений массовой доли компонентов в стандартных образцах состава, синтезируемых с использованием широкого круга реагентов-носителей.

Благодарности

Авторы искренне благодарят рецензентов и редактора за высоко профессиональное и благожелательное отношение, проявленное при подготовке материалов к опубликованию.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. МИ 1992–98 ГСИ. Метрологическая аттестация стандартных образцов состава веществ и материалов по процедуре при приготовления. Основные положения. Екатеринбург, 1998. 11 с.

REFERENCES

1. MI 1992–98 State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrological certification of reference materials of composition of substances and materials for preparation procedure. Main principles. Ekaterinburg, 1998, 11 p. (In Russ.)

2. Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А. Стандартные образцы состава графитового коллектора микропримесей: синтез, аттестация, применение // Аналитика и контроль, 2005, Т. 9, № 3. С. 285–294.
3. Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Музгин В. Н. Особенности разработки стандартных образцов для метрологического обеспечения методов определения примесей в урановых материалах. // Тезисы докладов XVIII Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. М., 2007. Т. 4. С. 178.
4. ГОСТ 10398–76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплекс онометрический метод определения содержания основного вещества. М.: Изд-во стандартов, 1988. 30 с.
5. ГОСТ 11069–2001 Алюминий первичный. Марки. Минск: Изд-во стандартов, 2004. С. 2.
6. ГОСТ 13099–2006 Иридий. Марки. М.: Стандартиформ, 2007. С. 2.
7. ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации). М.: Стандартиформ, 2016. 61 с.
8. Коростелев В. В. Реактивы и растворы в металлургическом анализе. М.: Металлургия, 1977. 400 с.
9. Бимиш Ф. Аналитическая химия благородных металлов. Ч. 2. М.: Мир. 1969. 399 с.
10. Рябчиков Д. И., Рябухин В. А. Редкоземельные элементы и иттрий / Серия: Аналитическая химия элементов М.: Наука, 1966. 380 с.
11. Основы аналитической химии Т. 1. / Под ред. Ю. А. Золотова М.: Высшая школа, 1999. С. 117–130.
12. ГОСТ 4199–76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10–водный. Технические условия. М.: Изд-во стандартов, 1988. 14 с.
13. Лидин Р. А., Молочко В. А., Андреева Л. Л. Химические свойства неорганических веществ. М.: Химия, 1997. 480 с.
14. ГОСТ Р 55845–2013 Реактивы и особо чистые вещества. Определение примесей химических элементов атомно–эмиссионной спектроскопией с индуктивно связанной плазмой. М.: Стандартиформ, 2014. 20 с.
15. ГОСТ 27566–87 Вещества особо чистые. Метод атомно–эмиссионной спектроскопии для определения примесей химических элементов в жидкофазных веществах. М.: Изд-во стандартов, 1988. 9 с.
16. Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Кубрина Е. Д., Варкентин Н. Я. Синтез материалов и оценка метрологических характеристик стандартного образца состава фторцирконата калия. // Стандартные образцы, 2016. № 3. С. 47–58.
17. Коузов П. А. Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов. Л.: Химия, 1974. 280 с.
18. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия, 1989. С. 45.
2. Lisienko D. G., Dombrovskaya M. A. Certified reference materials of graphite collector of microimpurities: synthesis, certification, application. Analitika i kontrol, 2005, vol. 9, no. 23, pp. 285–294. (In Russ.)
3. Lisiyenko D. G., Dombrovskaya M. A., Muzgin V. N. Development features of certified reference materials for metrological assurance of impurities determination methods in uranium materials // Abstracts XVIII Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry. Moscow, 2007. Vol. 4. 178 p. (In Russ.)
4. GOST 10398–76 Reagents and super pure substances. Complexonometric method for determination of basic matter content. Moscow, Standartinform Publ., 1988. 30 p. (In Russ.)
5. GOST 11069–2001 Primary aluminium. Grades. Minsk, Publ. standartov, 2004, p. 2. (In Russ.)
6. GOST 13099–2006 Iridium. Marks. Moscow, Standartinform Publ., 2007. 2 p. (In Russ.)
7. GOST ISO Guide 35–2015 Reference materials. General and statistical principles for certification. Moscow, Standartinform Publ., 2016, 61 p. (In Russ.)
8. Korostelev V. V. Reagents and solutions in metallurgical analysis. Moscow: Metallurgiya, 1977. 400 p. (In Russ.)
9. Bimish F. Analytical chemistry of precious metals. Vol. 2. Moscow: Mir 1969. 399 p. (In Russ.)
10. Ryabchikov D. I., Ryabukhin V. A. Rare earth elements and yttrium. Series: Analytical Chemistry of Elements. Moscow: Science, 1966. 380 p. (In Russ.)
11. Zolotov Yu. A. Fundamentals of Analytical Chemistry. Vol. 1. Moscow: High school, 1999, pp. 117–30. (In Russ.)
12. GOST 4199–76 Reagents. 10–aqueous sodium tetraborate. Specifications. Moscow, Publ. standartov, 1988. 14 p. (In Russ.)
13. Lidin R. A., Molochko V. A., Andreyeva L. L. Chemical properties of inorganic substances. Moscow, Chemistry, 1997. 480 p. (In Russ.)
14. GOST R 55845–2013 Reagents and high purity substances. Determination of impurities of chemical elements by atomic–emission spectrometry with inductively coupled plasma. Moscow, Standartinform Publ., 2014. 20 p. (In Russ.)
15. GOST 27566–87 Superpure substances. Method of atomic emission spectroscopy for determination of chemical elements impurities in liquid-phase substances. Moscow, Publ. standartov, 1988. 9 p. (In Russ.)
16. Lisienko D. G., Dombrovskaya M. A., Kubrina E. D., Varkentin N. Ya. Synthesis and evaluation of metrological characteristics of potassium fluorozirconate certified reference material. Standartnye obrazcy=Reference materials, 2016, no. 3, pp. 47–60. (In Russ.) DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-3-47-60.
17. Kouzov P. A. Basic principles of the analysis of particle size of industrial dusts and grinded materials. Ltningrad, Chemistry, 1974, 280 p. (In Russ.)
18. Lurye Yu. Yu. Handbook of Analytical Chemistry. Moscow. Chemistry, 1989, 45 p. (In Russ.)

19. ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Ч. 1. Метрологические и технические требования. Испытания. М.: Стандартиформ, 2010. С. 23.
20. Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Лисиенко М. Д. Стандартные образцы состава растворов ионов металлов для градуировки приборов с индуктивно связанной плазмой. // Стандартные образцы, 2010. № 3. С. 45–56.
21. ГОСТ Р 8.736-2011 ГСИ. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Общие положения. М.: Стандарты, 2012. 20 с.
22. ГОСТ Р 54500.3–2011 Руководство ИСО/МЭК 98–3:2008 Неопределенность измерения. Ч. 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. М.: Стандартиформ, 2012. 107 с.
23. ПМГ 96–2009 ГСИ. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления. М.: Стандартиформ, 2010. 21 с.
24. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Ч. 1. Основные положения и определения. М.: Изд–во стандартов, 2002. 23 с.
25. Индикаторы. Т. 1. / Под ред. Э. Бишоп М.: Мир. 1976. С. 74.
26. Алексеев В. Н. Количественный анализ. М.: Госхимиздат, 1963. С. 232.
27. РМГ 61–2010 ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки. М.: Стандартиформ, 2012. 54 с.
19. GOST R 53228–2008 Non–automatic weighing instruments. Part 1. Metrological and technical requirements. Tests. Moscow, Standartinform Publ., 2010, p. 23. (In Russ.)
20. Lisienko D. G., Dombrovskaya M. A., Lisienko M. D. Certified reference materials for composition of metal ion solutions for calibration of instruments with inductively coupled plasma. Standartnye obrazcy=Reference materials, 2010, no. 3, pp. 45–56. (In Russ.).
21. GOST R 8.736-2011 State system for ensuring the uniformity of measurements. Multiple direct measurements. Methods of measurement results processing. Main principles. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 20 p. (In Russ.)
22. GOST R 54500.3–2011 Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 107 p. (In Russ.)
23. PMG 96–2009. State system for ensuring the uniformity of measurements. Results and characteristics of measurement quality. Submission forms. Moscow: Standartinform, 2010, 21 p. (In Russ.)
24. GOST R ISO 5725-1-2002 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1. General principles and definitions. Moscow, Standartinform, 2002, 23 p. (In Russ.)
25. Bishop E. Indicators. Vol. 1. Moscow, Mir, 1976, p. 74. (In Russ.)
26. Alekseyev V. N. Quantitative analysis. Moscow, Goskhimizdat, 1963, p. 232. (In Russ.)
27. RMG 61–2010 State system for ensuring the uniformity of measurements. Accuracy, trueness and precision measures of the procedures for quantitative chemical analysis. Methods of evaluation. Standartinform, 2012, 54 p. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Домбровская Маргарита Адамовна – кандидат химических наук, доцент кафедры физико-химических методов анализа физико-технологического института УрФУ, руководитель группы АИЦ – Российской арбитражной лаборатории испытаний материалов ядерной энергетики УрФУ. Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 21
e-mail: m.a.dombrovskaya@urfu.ru
ORCID: 6508251461

Лисиенко Дмитрий Георгиевич – кандидат химических наук, доцент кафедры физико-химических методов анализа физико-технологического института УрФУ, директор АИЦ – Российской арбитражной лаборатории испытаний материалов ядерной энергетики УрФУ. Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 21
e-mail: d.g.lisienko@urfu.ru

Кубрина Евгения Дмитриевна – старший инженер кафедры физико-химических методов анализа физико-технологического института УрФУ. Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 21
e-mail: lis-dg@yandex.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Margarita A. Dombrovskaya – Cand. Sci. (Chem.), Associate Professor, Department of Physical and Chemical Analysis, Institute of Physics and Technology, UrFU Head of AFC – Arbitration Laboratory for Testing of Nuclear Engineering Materials.
21 Mira St., Ekaterinburg, 620002, the Russian Federation
e-mail: m.a.dombrovskaya@urfu.ru
ORCID: 6508251461

Dmitriy G. Lisienko – Cand. Sci. (Chem.), Associate Professor, Department of Physical and Chemical Analysis, Institute of Physics and Technology, UrFU, Director of AFC – Arbitration Laboratory for Testing of Nuclear Engineering Materials.
21 Mira St., Ekaterinburg, 620002, the Russian Federation
e-mail: d.g.lisienko@urfu.ru

Evgeniya D. Kubrina – Senior Engineer, Department of Physical and Chemical Analysis, Institute of Physics and Technology, UrFU.
21 Mira St., Ekaterinburg, 620002, the Russian Federation
e-mail: lis-dg@yandex.ru

■ СЛИЧЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / REFERENCE MATERIAL COMPARISONS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-37-47

УДК 549.08:550.8.08

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ В МИНЕРАЛОГИЧЕСКИХ РАБОТАХ

© Е. Г. Ожогина, М. И. Лебедева, Е. А. Горбатова

ФГБУ «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского»,

Москва, Российская Федерация

e-mail: vims-ozhogina@mail.ru, ORCID: 6603335616

Поступила в редакцию 20 июня 2017 г., после доработки – 18 июля 2017 г.

Принята к публикации – 20 июля 2017 г.

Введение. Деятельность ФГБУ «ВИМС» направлена на обеспечение точности и сопоставимости результатов минералого-аналитических исследований, сопровождающих геологоразведочные и технологические работы. Оценка качества результатов исследований осуществляется метрологическими инструментами, одним из которых являются межлабораторные сравнительные испытания.

Цель работы. Цель межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) – оценка результатов рентгенографического количественного фазового анализа искусственной смеси минералов и подтверждение технической компетентности испытательных лабораторий.

Методы исследования. Порядок проведения межлабораторных сравнительных испытаний: разработка программы и ее утверждение; сбор и регистрация заявок от лабораторий, желающих принять участие в Программе МСИ; подготовка и единовременная рассылка образцов для контроля с сопутствующими информационными материалами участникам эксперимента; статистическая обработка полученных результатов; оформление, утверждение и рассылка документов, подтверждающих участие лабораторий. Образец для контроля представлен гомогенизированной искусственной смесью минералов (кварц, каолинит, кальцит и пирит). Контроль точности (качества) результатов испытаний осуществлялся рентгенографическим количественным фазовым анализом.

Результаты. Результаты МСИ показали высокий уровень компетентности испытательных лабораторий. Суммарный процент сомнительных и неудовлетворительных результатов составил менее 11%, процент невыполненных равен нулю. Межлабораторные сравнительные испытания в минералогических работах являются важным инструментом для контроля компетентности испытательных лабораторий.

Ключевые слова: испытательные лаборатории, межлабораторные сравнительные испытания, точность и сопоставимость результатов испытаний, образец для контроля точности результатов испытаний, рентгенографический количественный фазовый анализ, метрологическая оценка, однофакторный дисперсионный анализ, однородность искусственной смеси минералов

Ссылка при цитировании:

Ожогина Е. Г., Лебедева М. И., Горбатова Е. А. Межлабораторные сравнительные испытания в минералогических работах // Стандартные образцы. 2017. Т. 13. № 2. С. 37–47. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-37-47.

For citation:

Ozhogina E. G., Lebedeva M. I., Gorbatova E. A. Interlaboratory comparison tests in mineralogical works. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2017, vol. 13, no. 2, pp. 37–47. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-37-47 (In Russ.)

INTERLABORATORY COMPARISON TESTS IN MINERALOGICAL WORKS

© Elena G. Ozhogina, Maria I. Lebedeva, Elena A. Gorbatova

All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources
Named After N. M. Fedorovsky (VIMS)
Moscow, the Russian Federation
E-mail: vims-ozhogina@mail.ru

Received – June 20, 2017; Revised – July 18, 2017
Accepted for publication – July 20, 2017

Introduction. Activities of FSBI «VIMS» are aimed at ensuring accuracy and comparability of the results of mineralogical analyses accompanying exploration and technological work. Evaluation of the research result quality is carried out with the help of various metrological instruments, one of which is an interlaboratory comparison test.

Purpose. The purpose of interlaboratory comparison tests (ICTs) is to assess the results of X-ray quantitative phase analysis of an artificial mixture of minerals and to confirm the level of competence of testing laboratories.

Methods. The procedure of conducting interlaboratory comparison tests is as follows: development of the programme and its approval; collecting and registering applications from laboratories, willing to participate in the ICT programme; preparation and simultaneous sending control samples with accompanying information materials to those participating in the experiment; statistical processing of obtained results; drawing up, approval and circulation of documents confirming participation of the laboratories. The control sample is a homogenized artificial mixture of minerals (quartz, kaolinite, calcite and pyrite). The accuracy (quality) control of the test results was carried out by X-ray quantitative phase analysis.

Results. The ICT results show a high level of competence of testing laboratories. For unreliable and unsatisfactory results percentages total less than 11 %, the percentage for unfulfilled results is equal to zero. Interlaboratory comparison tests in mineralogical works are an important means for controlling competence of testing laboratories.

Keywords: testing laboratories, interlaboratory comparison tests, accuracy and comparability of test results, a sample for accuracy control of test results, X-ray quantitative phase analysis, metrological evaluation, one-way analysis of variance, homogeneity of an artificial mixture of minerals

Используемые в статье сокращения

ФГБУ «ВИМС» – Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского»
МСИ – межлабораторные сравнительные испытания
УКАРМ – система управления качеством минералогических работ
ОК – образец для контроля
СОФС – стандартный образец фазового состава и свойств минералов
НСАМ – Научный совет по аналитическим методам
МП – методика предприятия
МУ – методические указания
РКФА – рентгенографический количественный фазовый анализ
МНР – Министерство природных ресурсов

Abbreviations used in the article

FSBI «VIMS» – Federal State Budgetary Institution
«All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky».
ICT – interlaboratory comparison tests
QMSMW – the quality management system of mineralogical works
SC – control sample
RMPC – reference material for phase composition and properties of minerals
SCAM – The scientific Council on analytical methods
EM – enterprise methodology
MI – methodical instructions
Q-PXRD – X-ray quantitative phase analysis
MNR – The Ministry of Natural Resources

Введение

Минералогические исследования являются неотъемлемой частью геологоразведочных работ на твердые полезные ископаемые, эффективность которых непосредственно зависит от качества проведенных измерений. Главным требованием к минералогическому изучению является получение полной, достоверной, метрологически оцененной и имеющей юридическую силу информации о вещественном составе и строении горных пород и руд.

Многообразие и сложность объектов природного и техногенного происхождения, подвергающихся минералогическим исследованиям для решения различных задач, требует практически всегда привлечения комплекса физических методов анализа. Поэтому современный минералогический анализ – это комплекс методов изучения горных пород, руд и техногенного сырья, позволяющий получить необходимую и достаточную информацию об их минеральном составе, морфоструктурных характеристиках, реальном химическом составе, строении и свойствах слагающих их минералов. В этом комплексе уверенно лидируют количественные методы минералогического анализа – рентгенографический, оптико-минералогический и оптико-геометрический [1]. Следует отметить, что рентгенографический количественный фазовый анализ (РКФА) является ведущим методом количественного анализа природного и техногенного минералогического сырья [2–6].

Широкое использование количественных методов минералогического анализа в геологической и в смежных областях народного хозяйства определяет необходимость совершенствования и развития системы управления качеством минералогических работ (УКАРМ), охватывающей все этапы работ и включающей в себя нормативные документы, методики анализа и стандартные образцы состава и свойств минералов. Нормативные документы системы УКАРМ регламентируют нормы погрешности, процедуры разработки и аттестации методик анализа и порядок испытаний стандартных образцов фазового состава и свойств минералов, проведение всех видов контроля качества результатов анализа, тем самым устанавливая требования к лабораториям, выполняющим минералогические анализы [7].

Минералогические исследования полезных ископаемых проводятся в организациях различной ведомственной принадлежности, имеющих отличающиеся приборную и методическую базы, кадровый состав, поэтому принципиальное значение приобретает внеш-

ний лабораторный контроль, предусматриваемый системой УКАРМ. Одной из эффективных форм внешнего контроля являются МСИ, позволяющие оценить достоверность результатов, полученных в каждой отдельной лаборатории, и получить информацию о реальной точности методик измерений в целом. МСИ дают возможность оценить качество проводимых измерений в лабораториях, провести корректирующие действия для обеспечения единства измерений и показать техническую компетентность лабораторий.

В настоящее время МСИ проводятся в основном в аналитических лабораториях и испытательных центрах при определении элементного состава исследуемых образцов. МСИ для оценки качества минералогических работ в мировой практике осуществляются крайне редко. Например, Геологической службой США (USGS) организованы сравнительные испытания для комплекса минералого-аналитических методов изучения угля [8], Технологическим центром керамических изделий и стекла (CTCV, Португалия) проведены межлабораторные сравнения по гранулометрическому анализу порошка кварца [9]. В Российской Федерации МСИ для оценки качества минералогических работ ранее не проводились.

Цель настоящей работы заключалась в организации МСИ для оценки качества результатов РКФА и подтверждения технической компетентности испытательных лабораторий, осуществляющих минералогические исследования полезных ископаемых.

Обзор литературы

Основным документом, регламентирующим порядок использования проверки квалификации деятельности лабораторий в процессе их аккредитации, является Руководство Международной организации по аккредитации лабораторий *ILAC P9:06/2014* «Политика *ILAC* по участию в деятельности по проверке квалификации» [10].

Требования к обеспечению качества результатов испытаний, позволяющих контролировать их достоверность, определены п. 5.9 ГОСТ ИСО/МЭК 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» [11] и п. 23.11 приказа Минэкономразвития России [12].

ГОСТ ISO/IEC 17043 «Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации» [13], РМГ 103 «Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов

окружающей среды (по составу и физико-механическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний» [14], РД «Управление качеством аналитических и минералогических работ. Организация и проведение межлабораторных сравнительных испытаний в лабораторной службе МПР России» [15] устанавливающие требования к компетентности провайдеров программ проверки квалификации, а также к разработке и реализации этих программ.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Процедура приготовления и методы исследования образца для контроля

В ФГБУ «ВИМС» разработан ОК, представляющий собой гомогенизированную искусственную смесь минералов, содержащую кварц, каолинит, кальцит, пирит с незначительной примесью доломита и гидрослюда.

Для составления искусственной смеси использовались СОФС и мономинеральная фракция кварца, выделенная из природного маршалита (рис. 1, табл. 1) [16].

Изготовление искусственной смеси минералов осуществлялось весовым методом (табл. 2) [17].

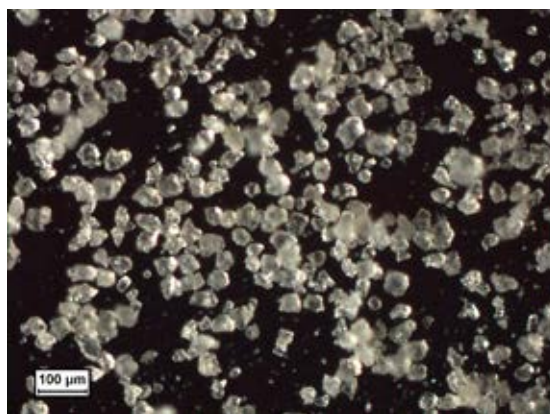
Оценка однородности материала ОК проводилась способом, основанным на многократных измерениях содержания компонентов в нескольких пробах, отобранных случайным образом от всего материала ОК, с последующей обработкой результатов по схеме однофакторного дисперсионного анализа. Измерения при определении составляющей погрешности от неоднородности материала ОК осуществлялись рентгенографическим методом [17].

Рентгенографические измерения были выполнены на автоматическом рентгеновском дифрактометре X'Pert PRO MPD (PANalytical, Нидерланды) с вертикальным θ - θ гониометром и следующей комплектацией: рентгеновская трубка PW 3373/00 с Cu-анодом ($\lambda K\alpha 1 = 1,5406 \text{ \AA}$, $\lambda K\alpha 2 = 1,54443 \text{ \AA}$), пропорциональный детектор, графитовый монохроматор перед детектором. Диаметр гониометра 240 мм.

Целью дисперсионного анализа является разложение суммарной дисперсии результатов на 2 группы:



а



б

Рис. 1. Составляющие искусственной смеси минералов: а – минералы СОФС; б – мономинеральная фракция кварца

Fig. 1. Components of the artificial mixture of minerals: a – RMPC minerals; b – monomineralic fraction of quartz

Таблица 1. Характеристика минералов

Table 1. Characteristics of minerals

Минерал	Источник	Аттестованное значение массовой доли минералов, % отн.	Абсолютная погрешность аттестованного значения, % отн. $P = 0,95$
Кварц	Мономинеральная фракция	100,0	0,3
Кальцит	СОФС 53/91 ОСО 262–92	95,0	0,5
Каолинит	СОФС 40/89 ОСО 175–85	82,0	3,7
Пирит	СОФС 16/86 ОСО 76–86	100,0	0,1

Таблица 2. Состав искусственной смеси минералов

Table 2. The composition of the artificial mixture of minerals

№	Минерал	Масса, г	Содержание мономинеральной фракции, % отн.	Приписанное значение массовой доли минералов в смеси, % отн.
1	Кварц	415	83	83,0 ± 1,1
2	Кальцит	50	10*	9,5 ± 0,3
3	Пирит	10	2	2,0 ± 0,3
4	Каолинит	25	5**	4,1 ± 0,1

Примечание: *мономинеральная фракция кальцита содержит 5% доломита, **мономинеральная фракция каолинита – 11 % гидрослюда

а) дисперсию, обусловленную сходимостью измерений ($\sigma_{\text{сх}}^2$);

б) дисперсию, обусловленную воздействием неоднородности материала ОК ($\sigma_{\text{НО}}^2$). При однофакторном дисперсном анализе суммарная погрешность определения (σ_{Σ}^2) складывается из составляющих:

$$\sigma_{\Sigma}^2 = \sigma_{\text{сх}}^2 + \sigma_{\text{НО}}^2. \quad (1)$$

Для расчета оцениваемых дисперсий необходимы следующие вычисления:

а) сумма квадратов всех данных:

$$S_1 = \sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^n x_{ij}^2, \quad (2)$$

где x_{ij} – единичное определение, K – количество случайным образом отобранных проб, n – количество параллельных измерений;

б) сумма квадратов итогов по строкам, делимая на число параллельных определений:

$$S_2 = \frac{\sum_{i=1}^K X_i^2}{n}; \quad (3)$$

в) квадрат общего итога, деленный на общее число данных:

$$S_3 = \frac{\left(\sum_{i=1}^K X_i\right)^2}{K \cdot n}; \quad (4)$$

г) $\bar{x}$ – общее среднее всех результатов (x_{ij}):

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^K \sum_{j=1}^n x_{ij}}{K \cdot n}. \quad (5)$$

Дисперсия σ_1^2 характеризует рассеяние результатов анализа отдельных проб от общего среднего результата:

$$\sigma_1^2 = \frac{S_2 - S_3}{K - 1}. \quad (6)$$

Дисперсию σ_2^2 , характеризующую сходимостью измерений, рассчитываются по формуле:

$$\sigma_2^2 = \sigma_{\text{сх}}^2 = \frac{S_1 - S_2}{K(n-1)}. \quad (7)$$

Чтобы оценить, значимо ли дисперсия σ_1^2 превосходит дисперсию σ_2^2 , вычисляют отношение $F_{\text{расч.}}$ и сравнивают его с табличным значением F -критерия, при уровне значимости $\alpha=0,05$ или достоверной вероятности $P=0,95$ и числе степеней свободы (f) сравниваемых дисперсий $f_1 = K - 1, f_2 = K(n - 1)$.

Если $F_{\text{расч.}} \leq F_{f_1, f_2, \alpha}$, то в этом случае абсолютное и относительное значения верхней границы параметра неоднородности определяются по формулам (8) и (9):

$$\sigma_{\text{НО, max}} = \sqrt{\frac{F_{f_1, f_2, \alpha} - 1}{n}} \cdot \sigma_{\text{сх}}, \quad (8)$$

$$\sigma_{\text{НО, max, r}} = \frac{\sigma_{\text{НО, max}}}{\bar{x}} \cdot 100\%. \quad (9)$$

Величину параметра неоднородности ($\sigma_{\text{НО, r}}$) или верхнюю границу параметра неоднородности ($\sigma_{\text{НО, max, r}}$) сравнивают с величиной $\sigma_{\text{Д, r}}$. Допустимые значения параметров неоднородности распределения минералов в материале ОК ($\sigma_{\text{НО, r}}$) не должны превышать $0,33 \cdot \sigma_{\text{Д, r}}$, где $\sigma_{\text{Д, r}}$ – допустимые относительные среднеквадратичные отклонения согласно требованиям к точности количественного фазового минералогического анализа [18].

Результаты и их обсуждение

Программа МСИ искусственной смеси минералов зарегистрирована рабочим аппаратом Провайдера МСИ ФГБУ «ВИМС» под номером МСИ № 4.3/2016-

ИСМ «Искусственные смеси минералов». В программе приняли участие 7 лабораторий разных ведомственных принадлежностей. В каждую лабораторию было направлено по 1 экземпляру ОК. Согласно инструкции по выполнению анализа необходимо было провести 2 измерения указанных показателей в условиях внутрилабораторной прецизионности.

При проведении РКФА лаборатории-участники МСИ использовали оборудование и методики, перечисленные в табл. 3.

Результаты контроля гранулярного состава материала ОК методом оптико-геометрического анализа в четырех параллелях представлены на рис. 2.

Результаты дисперсного анализа представлены в табл. 4. Полученные результаты позволили сделать заключение об однородности материала ОК.

Данные анализа для порообразующих минералов относятся к III категории точности, а для каолинита – к V категории точности. Допустимое среднее квадратичное отклонение для минералов составляет: кварца – 4 %, кальцита – 12 %, пирита – 14 %, каолинита – 50 % [18]. Стабильность аттестованных значений массовой доли минералов обеспечивалась физико-химической устойчивостью минералов ОК. Масса 1 экземпляра материала ОК составляет 10 г, что является достаточным для проведения МСИ.

Таблица 3. Приборно-методическое оснащение лабораторий-участниц МСИ

Table 3. Instrument and methodical equipment of laboratories participating in interlaboratory comparison tests

Номер лаборатории	Используемое оборудование	Применяемые алгоритмы и методики
1	Дифрактометр рентгеновский SHIMADZU XRD-6000	Количественный расчет с использованием программного продукта SIROQUOANT Version 4.0
2	Дифрактометр рентгеновский XRD-7000	Количественный расчет с использованием программного продукта SIROQUOANT
3	Дифрактометр рентгеновский ART X'TRA	МУ НСАМ № 21 «Рентгенографический количественный фазовый анализ с использованием метода внутреннего стандарта»
4	Дифрактометр рентгеновский XRD-7000	МУ НСАМ № 21 «Рентгенографический количественный фазовый анализ с использованием метода внутреннего стандарта»
5	Дифрактометр рентгеновский Maxima XRD-7000	Метод Ритвельда с использованием программного продукта SIROQUOANT Version 4.0
6	Дифрактометр рентгеновский D2 PHASER	МП-03/РФ-2015 «Рентгенографический фазовый анализ осадочных горных пород»

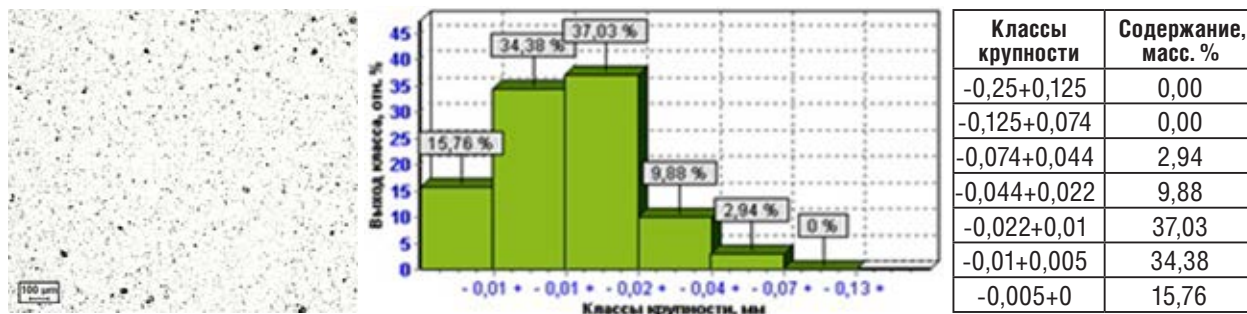


Рис. 2. Результаты оптико-геометрического анализа искусственной смеси минералов по одному определению: а – микрофотография препарата в проходящем свете, б – гистограмма и таблица распределения массового гранулярного состава по классам крупности

Fig. 2. The results of the opto-geometrical analysis of the artificial mixture of minerals by one definition: а – micrograph of the drug in transmitted light; б – the bar chart and the table showing distribution of the mass granular composition by size classes

Таблица 4. Результаты однофакторного дисперсионного анализа
Table 4. The results of variance analysis

Минерал				
Кварц	4	1,6	1,28	1,32
Кальцит	12	0,23	2,59	3,96
Пирит	14	0,07	3,45	4,62
Каолинит	50	0,32	6,94	16,50

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний

Результаты МСИ в графической интерпретации приведены на рис. 3.

Обработка экспериментальных данных, полученных при проведении МСИ, проведена в соответствии с требованиями РМГ 103 по алгоритму оценки качества результатов испытаний при проверке квалификации испытательных лабораторий с использованием Z-индексов.

Для каждого полученного от испытательной лаборатории-участницы МСИ среднего значения вычислено значение Z-индекса (Z) результата испытаний по следующей формуле:

$$Z = \frac{X - C}{\sigma(\Delta_d)}$$

где X – результат испытаний, полученный от лаборатории, представляющий собой среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений;

C – приписанное значение ОК для определяемого показателя;

$\sigma(\Delta_d)$ – среднее квадратическое отклонение допускаемой погрешности, равное $\Delta_d/2$;

Δ_d – допускаемая погрешность – значение характеристики погрешности, установленное для методики испытаний, соответствующее приписанному значению ОК.

Заключение о качестве результатов испытаний контролируемого объекта по каждому определяемо-

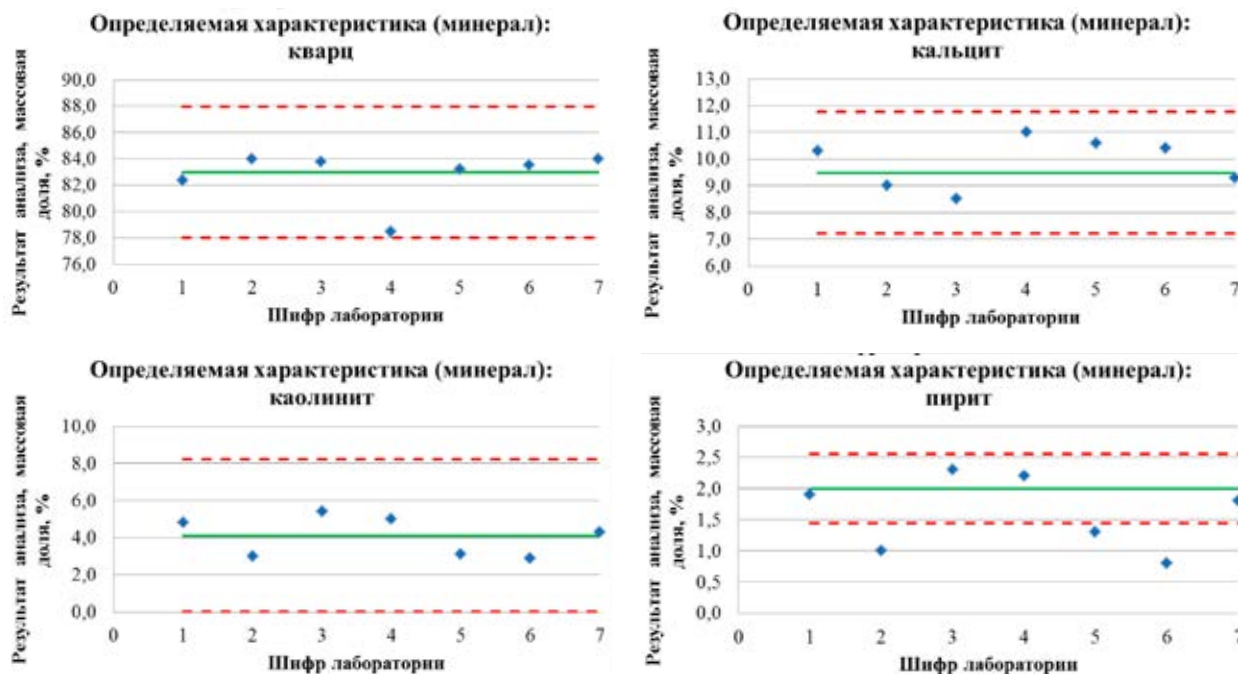


Рис. 3. Графики распределения полученных результатов испытаний. Пунктирной линией ограничен интервал $(C \pm \Delta_d)$, в котором результаты анализов признаны удовлетворительными ($\Delta_d = 1,96 \sigma_d$), сплошной линией отмечено приписанное значение ОК

Fig. 3. Graphs showing distribution of the obtained test results. A dashed line indicates the interval $(C \pm \Delta_d)$ in which the analysis results were found to be satisfactory ($\Delta_d = 1,96 \sigma_d$); a solid line shows the assigned value of the control sample

му показателю принято на основе сравнения значения индекса $|Z|$ с установленными нормативами контроля 2,0 и 3,0:

- при $|Z| \leq 2,0$ качество результатов испытаний признают удовлетворительным;
- при $2,0 < |Z| \leq 3,0$ качество результатов испытаний признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке;
- при $|Z| > 3,0$ качество результатов испытаний признают неудовлетворительным.

В результате статистической обработки данных, представленных лабораториями-участниками, была построена диаграмма количественного соотношения результатов анализов, признанных удовлетворительными, сомнительными, неудовлетворительными и невыполненными, приведенная на рис. 4.

Суммарный процент сомнительных и неудовлетворительных результатов составил менее 11 %. Процент невыполненных равен нулю – все лаборатории выполнили измерения по всем заданным показателям.

Неудовлетворительные и сомнительные результаты получены только при определении содержания пирита – доля удовлетворительных результатов составляет всего 57,1 % (рис. 5), по остальным минералам получены удовлетворительные оценки.

Неудовлетворительные результаты при определении пирита связаны с применением разных вариантов метода РКФА. Максимальные погрешности



Рис. 4. Соотношение результатов реализации программы МСИ № 4.3/2016 – ИСМ

Fig. 4. The ratio of the results of the program No. 4.3/2016 – AMM

получены при выполнении РКФА на дифрактометре XRD-7000 с использованием программного продукта SIROQUANT Version 4.0, а также выбранной методики МП-03/ПФ-2015 «Рентгенографический фазовый анализ осадочных горных пород».

По итогам сформирован отчет по реализации Программы МСИ № 4.3/2016 – ИСМ, содержащий сводные таблицы и графики с результатами участия всех лабораторий, используемые методики и методы анализа, диаграммы количественного соотношения результатов анализов, признанных удовлетворительными, сомнительными, неудовлетворительными и невыполненными как в целом по Программе, так и отдельно по определяемым компонентам. В свя-

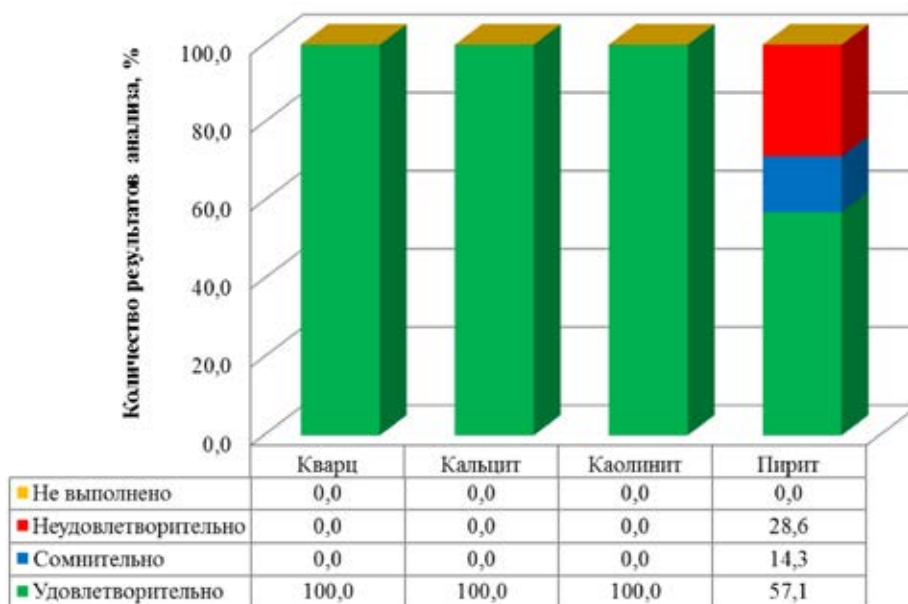


Рис. 5. Соотношение результатов анализов по определяемым минералам

Fig. 5. The ratio of the test results for specific minerals

зи с тем, что результаты испытаний, полученные участниками МСИ, и оценка качества этих результатов являются конфиденциальной информацией, которая без согласия лаборатории не подлежит разглашению, в сводном отчете названия лабораторий не раскрываются, а приводятся под кодовыми номерами (шифрами). Это один из основных принципов проведения МСИ.

Таким образом, по окончании Программы МСИ каждый участник получил следующий комплект документов: свидетельство участника МСИ, заключение и сводный отчет по результатам участия лаборатории с указанием только собственного кодового номера.

Выводы

В ФГБУ «ВИМС» впервые реализован алгоритм контроля качества результатов минералогических исследований посредством МСИ. Полученные результаты могут быть использованы лабораториями при прохождении процедур аккредитации и подтверждения технической компетентности.

Вклад соавторов

Вклад всех авторов в организации и проведение МСИ является равнозначным.

Все авторы прочли и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ожогин Д. О., Ожогина Е. Г. Перспективы развития количественных методов минералогического анализа // Разведка и охрана недр. 2017. № 4. С. 33–36.
2. Tamer M. Quantitative Phase Analysis Based on Rietveld Structure Refinement for Carbonate Rocks // Journal of Modern Physics. 2013. № 4. pp. 1149–1157.
3. AL-Dhahir T. Quantitative Phase Analysis for Titanium Dioxid From X-Ray Powder Diffraction Data Using The Rietveld Method // Diyala Journal For Pure Sciences. 2013. Vol. 9. № 2. pp. 108–119.
4. Quantification of crystalline fraction of solid slag film using X-ray powder diffraction / Yang Changlin et al // Powder Diffraction. Vol. 31, № 1. 2016, pp. 40–51
5. Sun M. X. Hu, X. Zhou, J. Gu Determination of minor quantities of linezolid polymorphs in a drug substance and tablet formulation by powder X-ray diffraction technique // Powder Diffraction. Vol. 32. 2017. № 2. pp. 78–85. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000069>.
6. Uday Das, Tanusri Dey, Paramita Chatterjee, Alok K. Mukherjee Structure determination from X-ray powder diffraction, DFT calculation, and Hirshfeld surface analysis of two fused bicyclic and tricyclic compounds // Powder Diffraction. 2017. Vol. 32. № 2. pp. 86–92. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000173>
7. Мошкова М. В. Обеспечение качества лабораторно-аналитических исследований твердых полезных ископаемых // Недропользование XXI век. 2001. № 3 (78). С. 68–71.
8. Finkelman R. B., Fiene F. L., Miller R. N., Simon F. O. Interlaboratory Comparison of Mineral Constituents in a Sample from the Herrin (No. 6) Coal Bed from Illinois // U. S. G E O I O G I C A I S U R V E Y C I R C U I A R 932. 1984. URL: <https://pubs.usgs.gov/circ/1984/0932/report.pdf>.

REFERENCES

1. Ozhogin D. O., Ozhogina E. G. Future development of quantitative methods of mineralogical analysis. Prospect of mineral resources, 2017, no.4, pp. 33–36.
2. Tamer M. Quantitative Phase Analysis Based on Rietveld Structure Refinement for Carbonate Rocks. Journal of Modern Physics, 2013, no. 4, pp. 1149–1157.
3. AL-Dhahir T. Quantitative Phase Analysis for Titanium Dioxid From X-Ray Powder Diffraction Data Using The Rietveld Method. Diyala Journal For Pure Sciences, 2013, Vol. 9, no. 2, pp. 108–119.
4. Changlin Yang, Guanghua Wen, Ping Tang, Chaochao Xi and Qihao Sun. Quantification of crystalline fraction of solid slag film using X-ray powder diffraction. Powder Diffraction, Vol. 31, 2016, no. 1, pp. 40–51
5. Sun M. X. Hu, X. Zhou, J. Gu Determination of minor quantities of linezolid polymorphs in a drug substance and tablet formulation by powder X-ray diffraction technique. Powder Diffraction, 2017, Vol. 32, no. 2, pp. 78–85. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000069>.
6. Uday Das, Tanusri Dey, Paramita Chatterjee, Alok K. Mukherjee Structure determination from X-ray powder diffraction, DFT calculation, and Hirshfeld surface analysis of two fused bicyclic and tricyclic compounds. Powder Diffraction, 2017, Vol. 32, no. 2, pp. 86–92. doi: <https://doi.org/10.1017/S0885715617000173>
7. Moshkova M. V. Quality assurance laboratory and analytic researches of firm minerals. Subsurface management XXI century. 2001. no. 3 (78). pp. 68–71.
8. Finkelman R. B., Fiene F. L., Miller R. N., Simon F. O. Interlaboratory Comparison of Mineral Constituents in a Sample from the Herrin (No. 6) Coal Bed from Illinois. U. S. G E O I O G I C A I S U R V E Y C I R C U I A R 932. 1984. Available at: <https://pubs.usgs.gov/circ/1984/0932/report.pdf>.

9. By Eng, Dra. RosárioAmaral, Rui Lucas. Interlaboratory Comparison of Analytical Results a Measure of Quality Control // URL: http://www.micromeritics.com/Repository/Files/Interlaboratory_Comparison_of_Analytical_Results_a_Measure_of_Quality_Control.pdf.
10. ILAC–P9:06/2014 ILAC Policy for Participation in Proiciency Testing Activities in the accreditation process for inspection bodies.
11. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. Стандартиформ, 2012. 29 с.
12. Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдения требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации: приказ Минэкономразвития РФ от 30 мая 2014 г. № 326 (Москва) // Рос.газета.– 2014.– 27 авг. URL: <http://www.rg.ru/2014/08/27/akkreditacia-dok.html>.
13. ГОСТ ИСО/МЭК 17043–2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации // Стандартиформ, 2014. 34 с.
14. РМГ 103-2010 ГСИ. Проверка квалификации испытательных (измерительных) лабораторий, осуществляющих испытания веществ, материалов и объектов окружающей среды (по составу и физико–химическим свойствам) посредством межлабораторных сравнительных испытаний // Стандартиформ, 2011. 39 с.
15. РД «Управление качеством аналитических и минералогических работ. Организация и проведение межлабораторных сравнительных испытаний в лабораторной службе МПР России». 2003.
16. МР НСОММИ № 162. Оптико-минералогический анализ шлиховых и дробленых проб.
17. ОСТ 41-08-266-04 Методики количественного фазового анализа горных пород, руд и техногенных образований. Разработка, аттестация, утверждение.
18. ОСТ 41-08-267-04 «Разработка, изготовление и применение аттестованных смесей для фазового анализа минерального сырья».
9. By Eng, Dra. RosárioAmaral, Rui Lucas. Interlaboratory Comparison of Analytical Results a Measure of Quality Control. Available at: http://www.micromeritics.com/Repository/Files/Interlaboratory_Comparison_of_Analytical_Results_a_Measure_of_Quality_Control.pdf.
10. ILAC–P9:06/2014 ILAC Policy for Participation in Proiciency Testing Activities in the accreditation process for inspection bodies.
11. GOST ISO/IEC 17025:2009 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Moscow, Standartinform Publ., 2012, 29 p. (In Russ.)
12. Order of the Ministry of Economic Development No. 326 of 30/05/2014 «On approval of accreditation criteria, of the list of documents confirming the compliance of applicant and accredited entity's with accreditation criteria, and the list of regulatory documents in the field of standardization, the compliance with which ensures the applicants' and accredited entities' conformity with accreditation criteria». (In Russ.)
13. GOST ISO/IEC 17043:2013 Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 34 p. (In Russ.)
14. RMG 103-2010 State system for ensuring the uniformity of measurements. Proficiency testing of test (measurement) laboratories, conducting the tests of substances, materials and environmental objects (for composition and physico–chemical properties) by means of interlaboratory comparisons. Moscow, Standartinform Publ., 2011, 39 p. (In Russ.)
15. GD «Quality management of analytical and mineralogical work. The organization and carrying out of comparative tests in the laboratory service of the MNR of Russia». 2003.
16. MR SCMRM № 162. Optical mineralogical analysis of placer and crushed samples.
17. IS 41-08-266-04 Methods of quantitative phase analysis of rocks, ores and technogenic formations. Development, certification, and approval.
18. IS 41-08-267-04 «Development, production and use of certified mixtures for phase analysis of mineral raw materials».

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ожогина Елена Германовна – д. геол.-минерал. наук, зав. минералогическим отделом Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского» (ФБГУ «ВИМС»). Российская Федерация, 119017, Москва, пер. Старомонетный, 31
e-mail: vims-ozhogina@mail.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena G. Ozhogina – Dr. Sci. (Geol.-Min.), Head of the Mineralogy Department, Federal State Budgetary Institution «All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky». 31 Staromonetny lane, Moscow, 119017, the Russian Federation
e-mail: vims-ozhogina@mail.ru

Лебедева Мария Игоревна – гл. метролог Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского» (ФБГУ «ВИМС»).
Российская Федерация, 119017, Москва,
пер. Старомонетный, 31
e-mail: lebedeva.vims@gmail.com

Горбатова Елена Александровна – д. геол.-минерал. наук, зам. заведующего минералогического отдела Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский институт минерального сырья им. Н. М. Федоровского» (ФБГУ «ВИМС»).
Российская Федерация, 119017, Москва,
пер. Старомонетный, 31
e-mail: lena_gorbatova@mail.ru

Maria I. Lebedeva – Head metrologist, Federal State Budgetary Institution «All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky».
31 Staromonetny lane, Moscow, 119017, the Russian Federation
e-mail: lebedeva.vims@gmail.com

Elena A. Gorbatova – Dr. Sci. (Geol.-Min.), Deputy Head of the Mineralogy Department, Federal State Budgetary Institution «All-Russian Scientific-Research Institute of Mineral Resources named after N. M. Fedorovsky».
31 Staromonetny lane, Moscow, 119017, the Russian Federation
e-mail: lena_gorbatova@mail.ru

■ ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ / THE USE OF REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-2-49-57

УДК 543.08

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РАДИОХИМИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

© Ю. А. Тадевосян, М. А. Семенов, Е. С. Киселева

ФГУП «ПО «Маяк», г. Озерск, Челябинской обл., Российская Федерация
E-mail: yul.tadewosian@yandex.ru

Поступила в редакцию 26 сентября 2017 г., после доработки – 27 октября 2017 г.

Принята к публикации – 2 ноября 2017 г.

Введение. Радиохимическое производство является самым насыщенным по объему показателей для аналитического контроля, качественная реализация которого невозможна без применения стандартных образцов утвержденных типов. Ранее потребность в стандартных образцах обеспечивалась отраслевыми институтами, многие из которых в настоящее время в силу различных причин прекратили данный вид деятельности. В представленной статье освещены проблемы метрологического обеспечения радиохимического производства, вызванные дефицитом стандартных образцов утвержденных типов.

Материалы и методы. Описаны технологии, используемые для получения однородного материала стандартных образцов для радиохимического производства. Перечислены методы и средства измерений, применяемые для аттестации стандартных образцов.

Результаты исследования. Представлены результаты разработки стандартных образцов на ФГУП «ПО «Маяк». Описаны примеры совместных разработок стандартных образцов на основе триураноктооксида и диоксида плутония.

Обсуждение и заключение. Дана оценка существующего положения дел в области обеспеченности стандартными образцами утвержденных типов. Приведены данные о наличии сырья, качестве приборной и методической базы в целях создания производственной площадки для изготовления стандартных образцов на ФГУП «ПО «Маяк». Изложены результаты поэтапного решения проблем метрологического обеспечения радиохимического производства. Намечены перспективные исследования по созданию стандартных образцов для методов масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Дан прогноз и сформулированы предложения практического плана по взаимодействию между институтами и предприятиями отрасли в области разработки стандартных образцов утвержденного типа.

Ключевые слова: аналитическое сопровождение радиохимического производства, разработка стандартных образцов, стандартный образец, массовая доля, изотопный состав, диоксид плутония, триураноктооксид, уранил азотнокислый, метод сравнения

Ссылка при цитировании:

Тадевосян Ю. А., Семенов М. А., Киселева Е. С. Метрологическое обеспечение радиохимического производства // Стандартные образцы. 2017. № 2. С. 49–57. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-49-57.

For citation:

Tadewosyan Yu. A., Semenov M. A., Kiseleva E. S. Metrological assurance in radiochemical production. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2016, vol. 13, No. 2, pp. 49–57. DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-2-49-57 (In Russ.).

METROLOGICAL ASSURANCE IN RADIOCHEMICAL PRODUCTION

©Yuliya A. Tadevosyan, Maksim A. Semenov, Elena S. Kiseleva

Mayak Production Association, Ozersk, the Chelyabinsk Region, the Russian Federation

E-mail: yul.tadewosian@yandex.ru

Received – September 26, 2017, Revised – October 27, 2017

Accepted for publication – November 2, 2017

Introduction. Radiochemical production is one of the richest in terms of data for analytical control, high-quality implementation of which is impossible without using type approved reference materials (RMs). Industry-specific institutes used to satisfy the demand for RMs, many of which nowadays have ceased this type of activities due to various reasons. The paper in question covers problems of metrological support in radiochemical production caused by the lack of type approved RMs.

Materials and methods. Technologies used to obtaining homogeneous reference material for radiochemical production are described. Methods and measuring instruments used for certifying RMs are listed.

Results. Results of developing certified reference materials at Mayak Production Association are given. Examples of codeveloping RMs of triuranium octoxide and plutonium dioxide are provided.

Discussion and conclusions. Assessment of the current situation in terms of provision of type approved RMs is given. The paper provides data on availability of raw material, quality of instrument and methodological base in order to create a reference material production site at Mayak Production Association. Results of step-by-step solutions to problems of metrological assurance in radiochemical production are presented. Research prospects of developing RMs for inductively coupled plasma mass spectrometry are outlined. An outlook is given and practical proposals are formulated in the paper. The proposals in question are related to the interaction between institutes and enterprises of the field in terms of developing type approved RMs.

Keywords: analytical support of radiochemical production, reference material development, reference material, mass fraction, isotopic composition, plutonium dioxide, triuranium octoxide, uranyl nitrate, comparison method

Используемые в статье сокращения

МСИ – межлабораторные сличительные испытания

ОЯТ – отработавшее ядерное топливо;

РАО – радиоактивные отходы

СО – стандартный образец

Abbreviations used in the article

ICT – interlaboratory comparison tests

SNF – spent nuclear fuel

RW – radioactive waste

RM – reference material

Введение

Метрологическое обеспечение измерений химического состава жидких и твердых веществ и материалов – одна из важнейших задач современной метрологии. В атомной промышленности существует острая потребность в высокоточных, достоверных результатах измерений, так как в первую очередь это является гарантией безопасности. Получение таких результатов невозможно без применения СО утвержденных типов [1].

Основным направлением деятельности завода РТ-1 ФГУП «ПО «Маяк» является регенерация облученного ядерного топлива в целях извлечения и повторного ис-

пользования урана и плутония [2]. В настоящее время комплекс РТ-1 осуществляет переработку ОЯТ:

– Реакторов энергетического назначения (ВВЭР-440, БН-600);

– Атомных подводных лодок и надводных кораблей;

– Исследовательских реакторов;

– Промышленных реакторов «РУСЛАН» и «Людмила».

Весь регенерированный в ходе переработки уран поставляется на предприятия ОАО «ТВЭЛ» для производства свежего топлива. В ходе переработки ОЯТ осуществляется наработка сырья для радиоизотопного производства.

Перед аналитической лабораторией завода РТ-1 стоит как минимум семь аналитических задач:

- анализ исходного сырья и химических реагентов;
- аналитический контроль технологических процессов переработки ОЯТ и обращения с РАО;
- анализ многокомпонентных технологических продуктов;
- обеспечение эффективного функционирования систем учета и контроля ядерных материалов, радиоактивных веществ и РАО;
- обеспечение контроля параметров безопасности;
- сопровождение научных исследований;
- контроль товарной продукции.

Решать эти задачи без применения СО невозможно.

Ранее потребность в СО обеспечивалась отраслевыми институтами, многие из которых в настоящее время в силу различных причин прекратили данный вид деятельности.

На сегодняшний день заканчиваются запасы СО утвержденных типов на основе диоксида плутония (по изотопному составу и массовой доле основного вещества). Поставки образцовых растворов и мер активности являются неритмичными и не всегда качественными. Для многих предприятий отрасли ситуация становится критической. Отсутствует возможность проведения процедур контроля качества, внедрения и совершенствования методик измерения состава и свойств ядерных материалов, содержания примесей в товарной продукции. Не проводятся межлабораторные сравнительные испытания.

Радиохимическая технология переработки ОЯТ предполагает производство различных продуктов высокой степени очистки, которые могут служить основой (телом) для СО. Поэтому именно завод РТ-1 всегда представлял интерес как производственная площадка по изготовлению и проведению испытаний СО.

Настоящая статья посвящена описанию опыта разработки стандартных образцов, предназначенных для метрологического обеспечения радиохимического производства.

Материалы и методы

Разработка СО состава плутония

В 1999 г. на ФГУП «ПО «Маяк» (г. Озерск) совместно с ФГУП «Государственный Научный Центр Российской Федерации – Физико-энергетический институт им. А. И. Лейпунского» (ФГУП «ГНЦ РФ-ФЭИ») (г. Обнинск), ФГУП НПО «Радиовый институт им. В. Г. Хлопина» (г. Санкт-Петербург) и «Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А. А. Бочвара» («ВНИИМ им. А. А. Бочвара») (г. Москва) было принято решение о разработке государственных СО изотопного состава и массы диоксида плутония.

В качестве аналогов были взяты СО, выпускаемые Лос-Аламосской национальной лабораторией США и лабораторией PERLA объединенного исследовательского центра Европейской комиссии. Метрологические характеристики иностранных СО, установленные с высокой точностью, представлены в таблицах 1–2.

Однако в силу имеющегося оборудования и аттестованных методик измерений, характеристики государственных СО изотопного состава и массы диоксида плутония были определены с погрешностью, почти на порядок превышающей погрешность иностранных образцов (табл. 3).

В качестве исходного материала СО использовали партии порошка диоксида плутония, выделенного с помощью радиохимической переработки измельченного ОЯТ реакторов БН-600 и ВВЭР-440. Однородность

Таблица 1. Метрологические характеристики стандартных образцов состава и массы диоксида плутония, выпускаемых Лос-Аламосской национальной лабораторией

Table 1. Metrological characteristics of reference materials for composition and mass of plutonium dioxide produced by Los Alamos National Laboratory

Аттестованная характеристика	Значение аттестованной характеристики	Относительная погрешность, %
Масса Pu, г	67,9826	0,1
Массовая доля Pu в PuO ₂ , %	87,897	0,092
Массовая доля Pu ²³⁸ в Pu, %	0,0149	3
Массовая доля Pu ²³⁹ в Pu, %	92,9845	0,0016
Массовая доля Pu ²⁴⁰ в Pu, %	6,7206	0,01
Массовая доля Pu ²⁴¹ в Pu, %	0,2141	0,4
Массовая доля Pu ²⁴² в Pu, %	0,0659	0,45

Таблица 2. Метрологические характеристики стандартных образцов состава и массы диоксида плутония, выпускаемых лабораторией PERLA

Table 2. Metrological characteristics of reference materials for composition and mass of plutonium dioxide produced by PERLA laboratory

Аттестованная характеристика	Значение аттестованной характеристики	Относительная погрешность, %
Масса Pu, г	2500	0,1
Массовая доля Pu в PuO ₂ , %	87,72	0,11
Массовая доля Pu ²³⁸ в Pu, %	1,721	0,23
Массовая доля Pu ²³⁹ в Pu, %	58,096	0,03
Массовая доля Pu ²⁴⁰ в Pu, %	24,768	0,008
Массовая доля Pu ²⁴¹ в Pu, %	9,771	0,05
Массовая доля Pu ²⁴² в Pu, %	5,645	0,15

Таблица 3. Методы измерений, использованные при аттестации государственных стандартных образцов изотопного состава и массы диоксида плутония

Table 3. Measurement methods used while conducting certification of reference materials for isotopic composition and mass of plutonium dioxide

Аттестованная характеристика	Метод измерений (средство измерений)	Относительная погрешность, не более, %
Масса PuO ₂ , г	Кулонометрия (потенциостат-интегратор кулонометрический ПИК-200)	0,1
Массовая доля Pu в PuO ₂ , %		0,3
Массовая доля Pu ²³⁸ в Pu, %	Термоионизационная масс-спектрометрия (на масс-спектрометре МИ-1201)	3
Массовая доля Pu ²³⁹ в Pu, %		0,1
Массовая доля Pu ²⁴⁰ в Pu, %		0,3
Массовая доля Pu ²⁴¹ в Pu, %		1
Массовая доля Pu ²⁴² в Pu, %		1,5

партии СО обеспечивалась применяемой технологией производства: осаждение порошка диоксида плутония проводилось из одного объема раствора. Дополнительные исследования подтвердили высокую однородность материала. Для обеспечения однородности по изотопному составу перемешивание и отбор проб проводились с помощью специального приспособления – «щупа» (рис. 1).

Комплекты СО плутония в 1999–2003 гг. были разработаны по контрактам между ФГУП «ГНЦ РФ-ФЭИ» и Лос-Аламосской национальной лабораторией США для использования в целях неразрушающего контроля на российских предприятиях в измерительных системах проверки атрибутов плутония.

В 2006 г. из материала, хранящегося в ФГУП «ГНЦ РФ-ФЭИ» были разработаны СО утвержденных типов

состава плутония, изотопного состава плутония в диоксиде плутония [3].

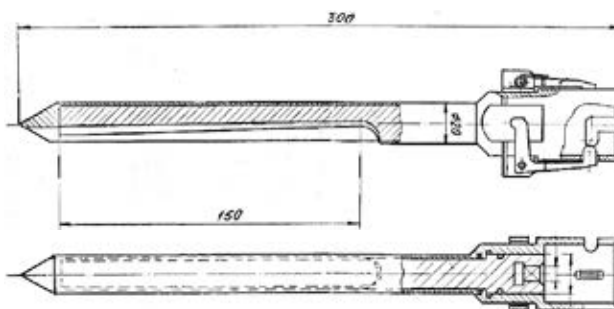


Рис. 1. Приспособление «щуп» (разработка радиохимического завода ФГУП «ПО «Маяк»)

Fig. 1. «Probe» (developed at the Radiochemical Plant of Mayak Production Association)

Разработчиком СО являлся «ВНИИНМ им. А. А. Бочвара». Измерения по определению аттестованного значения массовой доли плутония общего были проведены в «Государственном научном центре – Научно-исследовательский институт атомных реакторов» («ГНЦ НИИАР»), г. Димитровград высокоточным методом автоматического кулонометрического титрования. Подтверждающие измерения были проведены в ФГУП НПО «Радиовый институт им. В. Г. Хлопина» высокоточным спектрофотометрическим методом.

Измерения по определению аттестованных значений массовых долей изотопов плутония были проведены в ФГУП НПО «Радиовый институт им. В. Г. Хлопина». Подтверждающие измерения были выполнены в «ГНЦ НИИАР» (г. Димитровград) и «Сибирском химическом комбинате» (г. Северск) методами масс-спектрометрии и альфа-спектрометрии.

Разработка СО состава урана

Проблема исчерпания запасов возникла и в отношении стандартных образцов состава урана. Разработанные и аттестованные «ВНИИНМ им. А. А. Бочвара» в 2003 г. стандартные образцы состава закиси-оксида урана (уран общий) ГСО 8363–2003 практически израсходованы. В связи с этим, в 2010 г. в аналитической лаборатории радиохимического завода ФГУП «ПО «Маяк» был разработан стандартный образец состава триураноктаоксида, который является аналогом образца, разработанного в 2003 году «ВНИИНМ им. А. А. Бочвара».

Специальных исследований однородности материала не проводилось, поскольку материалом СО является чистое вещество, однородность которого обеспечивается технологическим процессом (путем прокаливании на воздухе гексагидрата нитрата уранила ($\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) при температуре 900 °С). Полученное таким образом вещество является триураноктаоксидом и имеет постоянный стехиометрический состав с массовой долей основного вещества не менее 99,9%. Стабильность аттестованного значения подтверждена стабильностью аттестованного значения СО 2003 г. выпуска, имеющего аналогичный состав. Установление аттестованного значения стандартного образца было выполнено методом сравнения со стандартным образцом 2003 г. Измерения по определению аттестованного значения массовой доли урана выполнены по ОСТ 95 175-2003 «Уран и его соединения. Методика гравиметрического с пероксидным осаждением измерения содержания урана» [5].

В 2013 г. на ФГУП «ПО «Маяк» были разработаны СО состава растворов урана с концентрациями урана 5 г/дм³, 30 г/дм³, 50 г/дм³, 100 г/дм³, 120 г/дм³. Материалом СО являются водные растворы уранила азотнокислого (плава) марки Б. Измерения массовой доли урана в исходном материале выполнены по ОСТ 95 175-2003 «Уран и его соединения. Методика гравиметрического с пероксидным осаждением измерения содержания урана» [5].

Результаты и их обсуждение

Результаты разработки стандартных образцов состава плутония

В табл. 4 представлены метрологические характеристики стандартных образцов состава плутония, изотопного состава плутония в диоксиде плутония, разработанных в 2006 году.

ГСО 8780–2006, ГСО 8781–2006 и ГСО 8782–2006 предназначены для передачи размеров аттестованной характеристики образцам более низкого класса [4], оперативного контроля погрешности результатов измерений плутония в плутонии и его соединениях, выполняемых по методикам разрушающего контроля гравиметрическим, кулонометрическим, титриметрическим, спектрофотометрическим, масс-спектрометрическими, альфа-спектрометрическими методами, а также для градуировки средств измерений.

Материал стандартных образцов был расфасован в стеклянные флаконы вместимостью 5 см³ с резьбовой пластиковой пробкой, снабженной полимерной радиационно-стойкой прокладкой. Масса материала ГСО 8780–2006 в каждом флаконе составила 1,0 г. Масса материала ГСО 8781–2006 и ГСО 8782–2006 в каждом флаконе составила 0,25 г. ГСО 8780–2006, ГСО 8781–2006 и ГСО 8782–2006 были переданы на многие предприятия отрасли бесплатно и к настоящему времени их запасы заканчиваются.

Для решения проблемы метрологического обеспечения средств и методик измерений содержания плутония в настоящее время в аналитической лаборатории завода РТ-1 совместно с «ВНИИНМ им. А. А. Бочвара» ведется разработка стандартного образца на основе диоксида плутония с аттестованным значением массовой доли плутония общего. Качественный исходный материал для создания стандартного образца в достаточном количестве имеется на ФГУП «ПО «Маяк». Измерения массовой доли плутония общего проведены на потенциостате – интеграторе кулонометрическом (ПИК-200). Подтверждающие измерения выполнены методами спектрофотометрии

Таблица 4. Метрологические характеристики стандартных образцов состава плутония, изотопного состава плутония в диоксиде плутония

Table 4. Metrological characteristics of certified reference materials for composition of plutonium, plutonium isotopic composition in plutonium dioxide, developed in 2006

Индекс СО	Аттестованная характеристика СО	Аттестованное значение, %	Абсолютная погрешность аттестованного значения СО при $P=0,95$, %
ГСО 8780–2006 (СО Пл-общ)	Массовая доля плутония	88,063	$\pm 0,045$ (при массе навески 0,5 г) $\pm 0,040$ (при массе навески 1 г)
ГСО 8781–2006 (СО Пл– 6)	Атомная доля изотопа плутония		
	Pu-238	0,0290	$\pm 0,0007$
	Pu-239	93,818	$\pm 0,009$
	Pu-240	6,004	$\pm 0,009$
	Pu-241	0,0922	$\pm 0,0006$
	Pu-242	0,05656	$\pm 0,00045$
ГСО 8782–2006 (СО Пл-20)	Атомная доля изотопа плутония		
	Pu-238	0,1915	$\pm 0,0045$
	Pu-239	79,203	$\pm 0,025$
	Pu-240	20,086	$\pm 0,025$
	Pu-241	0,2871	$\pm 0,0014$
	Pu-242	0,2326	$\pm 0,0010$

и денситометрии с К-краем поглощения. В 2018 г. планируется проведение МСИ между лабораториями предприятий «Росатома» с использованием образцов для контроля на основе диоксида плутония, аттестованных на ФГУП «ПО «Маяк». Провайдером МСИ будет выступать «ВНИИНМ им. А. А. Бочвара». Аналитическая лаборатория радиохимического завода ФГУП «ПО «Маяк» будет соисполнителем в части изготовления и рассылки образцов для контроля. В лаборатории радиохимического завода ФГУП «ПО «Маяк» образец для контроля по изотопному составу будет аттестован на высокоточном термоионизационном масс-спектрометре TRITON TI. По итогам МСИ будет получен стандартный образец утвержденного типа, аттестованный не только по массовой доле, но и по изотопному составу.

Результаты разработки стандартных образцов урана

В таблице 5 представлены метрологические характеристики СО, разработанного ФГУП «ПО «Маяк». ГСО 9818–2011 был аттестован на ФГУП «ПО «Маяк», метрологическая экспертиза документов по разработке была выполнена специалистами «Уральского научно-исследовательского института метрологии» (УНИИМ). Была выпущена единичная партия образца в количестве 500 г.

ГСО 9818–2011 используется для контроля погрешности результатов измерений массовой доли урана в уране и его соединениях, а также в уран содержащих материалах и технологических продуктах, аттестации методик измерений.

В табл. 6 представлены метрологические характеристики СО состава растворов урана, разработанных ФГУП «ПО «Маяк».

Таблица 5. Метрологические характеристики стандартного образца состава триураноктооксида

Table 5. Metrological characteristics of the certified reference material for composition of triuranium octoxide

Индекс СО	Аттестованная характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений СО, %	Границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95$, %
ГСО 9818–2011	Массовая доля общего урана	От 84,5 до 84,8 вкл.	$\pm 0,06$

Таблица 6. Метрологические характеристики стандартных образцов состава растворов урана
Table 6. Metrological characteristics of certified reference materials for composition of uranium solutions

Индекс СО	Аттестованная характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений СО, г/дм ³	Границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения СО при P = 0,95, %
ГСО 10353–2013	Массовая концентрация урана	От 4,8 до 5,2 вкл.	±0,33
ГСО 10354–2013		От 28 до 33 вкл.	
ГСО 10355–2013		От 48 до 52 вкл.	
ГСО 10356–2013		От 98 до 102 вкл.	
ГСО 10357–2013		От 118 до 122 вкл.	

СО состава растворов урана различной концентрации постоянно востребованы экологическими лабораториями отрасли.

Для обеспечения качества измерений изотопного состава урана, аттестации методик измерений, поверки и градуировки средств измерений в лаборатории радиохимического завода ФГУП «ПО «Маяк» используются СО изотопного состава урана ГСО 7980–2002, изготовленные Центральной заводской лаборатории «Уральского электрохимического комбината» (УЭХК) (г. Новоуральск) [6] и аттестованные масс-спектрометрическим методом [7, 8]. Аттестованные значения атомных долей урана-235 стандартных образцов находятся в диапазоне от менее 0,05 % до 100 %. Стандартные образцы УЭХК являются высококачественными, аттестованы на высокоточном оборудовании, изготовлены из чистого материала. Для изготовления стандартных образцов изотопного состава урана УЭХК постоянно нуждается в аттестованном по массовой доле качественном стандартном образце состава триураноктаоксиде, который может, в свою очередь, предоставлять ФГУП «ПО «Маяк».

Таким образом, для получения достоверных результатов по основным показателям урановой продукции необходимы стандартные образцы, выпущенные в достаточном количестве, для производства которых требуется наличие качественного исходного материала.

Перспективные области разработки СО

Появление новых видов смешанного топлива (СНУП, МОКС) предполагает проведение широкого спектра аналитических работ по определению химического и изотопного состава для получения качественного продукта. Одним из контролируемых

показателей качества является содержание катионных примесей, таких как Al, B, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Si, V, W. В качестве современных методов контроля содержания указанных примесей в лабораториях отрасли широко применяются методы атомно-эмиссионной спектроскопии и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Уран и плутоний имеют сложный эмиссионный спектр, который полностью или частично маскирует чувствительные линии многих из указанных примесей. Перспективно для отделения урана и плутония использовать методы ионообменной и экстракционной хроматографии, но это часто приводит к сбрасыванию ряда примесей и невозможности их дальнейшего определения. Поэтому возникает необходимость изготовления СО состава примесей в матрице урана и плутония.

В аналитической лаборатории завода РТ-1 в настоящее время для определения примесей в урановых, плутониевых растворах различного состава и активности функционирует 2 ICP масс-спектрометра NexION, один ICP масс-спектрометр ELAN и атомно-эмиссионный спектрометр Optima.

Для повышения точности измерений, исключения влияния радиационного и человеческого факторов специалистами лаборатории разрабатываются автоматизированные устройства пробоподготовки. Так, например, для определения изотопного состава плутония изготовлено автоматизированное устройство нанесения проб на филаменты. С целью проведения высокоточного разбавления растворов и внесения меток в опытной эксплуатации находится лабораторная установка пробоподготовки и разведения (ЛУПР). Внешний вид устройств представлен на рис. 2.

Аналитическая лаборатория завода РТ-1 на сегодняшний день обладает достаточными техническими возможностями, определенным опытом и многими ви-



Рис. 2. Автоматизированные устройства пробоподготовки

Fig. 2. Automated equipment for sample preparation

дами исходного сырья для изготовления СО утвержденных типов.

Заключение

Постепенная утрата компетенций, отсутствие прежней системы производства и обеспечения предприятий СО утвержденных типов приводит к снижению качества измерений. Самодостаточных предприятий, которые смогли бы полностью обеспечить себя СО, практически нет. Трудности с изготовлением стандартных образцов возникают из-за сложной экономической ситуации, отсутствия полной информации о наличии, изготовлении, потребности в СО. Решение данной проблемы возможно при условии централизации финансирования работ по производству и аттестации стандартных образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Российской Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Российской Федерации 11 июня 2008 года: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Российской Федерации 18 июня 2008 г. // Рос. газета. – 2008. – 2 июля
2. Перспективы развития технологий завода РТ-1 / В. Ф. Горн [и др.] // Безопасность окружающей среды. 2010. № 1. С. 29–33.
3. Стандартные образцы изотопного состава плутония / М. Л. Карпук [и др.] // Стандартные образцы. 2006. № 3. С. 39–47.
4. ГОСТ Р 8.609-2004 ГСИ. Стандартные образцы системы государственного учета и контроля ядерных материалов. Общие положения. М.: Изд-во стандартов, 2005. 11 с.
5. ОСТ 95 175-2003 Уран и его соединения. Методика гравиметрического с пероксидным осаждением измерения содержания урана.

Таким образом, с целью решения проблемы метрологического обеспечения радиохимического производства необходимо проводить следующие мероприятия:

- выделить предприятия, имеющие сырьевые и технические возможности для создания на их базе центров испытаний стандартных образцов;
- определить организации, занимающиеся метрологической экспертизой и аттестацией СО;
- широко использовать опыт не только отраслевых институтов, но и привлекать такие научные центры по разработке стандартных образцов, как УНИИМ;
- в целях повышения качества выпускаемой продукции организовать на постоянной основе проведение межлабораторных сличительных испытаний.

Вклад соавторов

Киселева Е. С.: компьютерная работа с текстом, редакция текста статьи.

Семенов М. А.: предоставление информации об иностранных стандартных образцах.

Тадевосян Ю. А.: сбор литературных данных, определение замысла статьи, критический анализ и доработка текста, оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа.

Все авторы прочли и одобрили окончательный вариант рукописи.

REFERENCES

1. Federal law «On ensuring the uniformity of measurements» No FZ-102 of 26/06/2008. Moscow. (In Russ.)
2. Gorn V. F. et al. RT-1 technologies: prospects of advancement. Environmental safety, 2010. no. 1. pp. 29–33. (In Russ.)
3. Karpuk M. L., Startsev V. V., Loshkareva E. P., Borisov V. A. Certified reference materials for plutonium isotopic composition. Standartnye obrazcy=Reference materials, 2016, no. 3. pp. 39–47. (In Russ.)
4. GOST R 8.609-2004 State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of state accounting and control of nuclear materials system. Basic principles. Moscow, Izdatel'stvo standartov, 2005, 11 p. (In Russ.).
5. OST 95 175-2003 Uranium and its compounds. Gravimetric and peroxide precipitation procedure for measuring uranium content.

6. Центральная заводская лаборатория уральского электрохимического комбината / В. М. Голик [и др.] // Журнал аналитической химии. 2010. № 2. С. 218–222.

7. Сличение стандартных образцов изотопного состава урана производства NBL (США) и УЭХК / А. В. Сапрыгин [и др.] // Стандартные образцы. 2007. № 2. С. 39–48.

8. Стандартные образцы изотопного состава урана производства УЭХК / А. В. Сапрыгин [и др.] // Стандартные образцы. 2007. № 3. С. 41–51.

6. Golik V. M., Izrailevich I. S., Solov'ev G. S., Saprygin A. V. Central plant laboratory of the urals electrochemical integrated enterprise. Journal of Analytical Chemistry. 2010, Vol.65. no. 2. pp. 215–219.

7. Saprygin A. V., Golik V. M., Makarov A. A., Dzhavaev V. M., Kudryavtsev V. N. Comparison of CRMs for uranium isotopic composition, produced by NBL (USA) and the Ural Integrated Electro-Chemical Plant. Standartnye obrazcy=Reference materials, 2007, no. 2. pp. 39–48. (In Russ.)

8. Saprygin A. V., Golik V. M., Dzhavaev B. G., Makarov A. A., Hrenova I. E., Makarova T. V. Certified reference materials of uranium isotopic composition, produced by UECC. Standartnye obrazcy=Reference materials, 2007, no. 3. pp. 41–51. (In Russ.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Тадевосян Юлия Анатольевна – начальник аналитической лаборатории радиохимического завода ФГУП «ПО «Маяк». Российская Федерация, Челябинская обл., 456780, г. Озерск, ул. Ленина, 31
e-mail: yul.tadewosian@yandex.ru

Семенов Максим Александрович – начальник центральной заводской лаборатории ФГУП «ПО «Маяк». Российская Федерация, Челябинская обл., 456780, г. Озерск, ул. Ленина, 31
e-mail: semenovmw@mail.ru

Киселева Елена Сергеевна – инженер-химик аналитической лаборатории радиохимического завода ФГУП «ПО «Маяк». Российская Федерация, Челябинская обл., 456780, г. Озерск, ул. Ленина, 31
e-mail: lenlein@mail.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Yuliya A. Tadevosyan – Head of the Analytical Laboratory, Radiochemical Plant of Mayak Production Association. 31 Lenina St., Ozersk, Chelyabinsk Region, 456780, the Russian Federation
e-mail: yul.tadewosian@yandex.ru

Maksim A. Semenov – Head of the Central Plant Laboratory, Mayak Production Association. 31 Lenina St., Ozersk, Chelyabinsk Region, 456780, the Russian Federation
e-mail: semenovmw@mail.ru

Elena S. Kiseleva – Chemical Engineer, the Analytical Laboratory, Mayak Production Association. 31 Lenina St., Ozersk, Chelyabinsk Region, 456780, the Russian Federation
e-mail: lenlein@mail.ru

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ / INFO. NEWS. EVENTS

■ ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ / OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS

ИНФОРМАЦИЯ

о работе 7-го заседания Рабочей группы по стандартным образцам состава и свойств веществ и материалов Научно-технической комиссии по метрологии Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (РГ СО НТКМетр МГС)

Information on the work of the 7th Meeting of the RM Working Group of the Scientific and Technical Commission on Metrology of the Interstate Council

11–12 сентября 2017 года в г. Казани на базе отеля «Казанская Ривьера» (организатор ФГУП «УНИИМ») состоялось 7-е заседание Рабочей группы по стандартным образцам состава и свойств веществ и материалов Научно-технической комиссии по метрологии Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (РГ СО НТКМетр МГС).

В заседании приняли участие представители национальных органов по стандартизации, метрологии и сертификации и национальных метрологических институтов пяти государств СНГ: Республики Беларусь, Республики Казахстан, Республики Молдова, Российской Федерации и Украины.

На заседании были рассмотрены следующие вопросы:

- О выполнении решений МГС и рекомендаций НТКМетр и РГ СО;
- О работах, проводимых в государствах-участниках Соглашения в области методологии и организации работ по стандартным образцам состава и свойств веществ и материалов;
- О ходе рассмотрения проекта межправительственного Соглашения о сотрудничестве по созданию и применению стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов;
- О ходе реализации «Программы по созданию и применению межгосударственных стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов

на 2016–2020 годы»;

- О предложениях по принятию вновь разработанных национальных СО в качестве МСО;
- О предложениях по актуализации Реестра МСО;
- О ходе реализации и внесении изменений в План пересмотра действующих нормативных документов МГС по стандартным образцам;
- О ходе разработки и пересмотра нормативных документов МГС по стандартным образцам;
- О разработке СО содержания компонентов в биологических средах, предложения от национальных органов;
- О предложениях в проект повестки 46-го заседания НТКМетр;
- О дате и месте проведения 8-го заседания РГ СО НТКМетр.



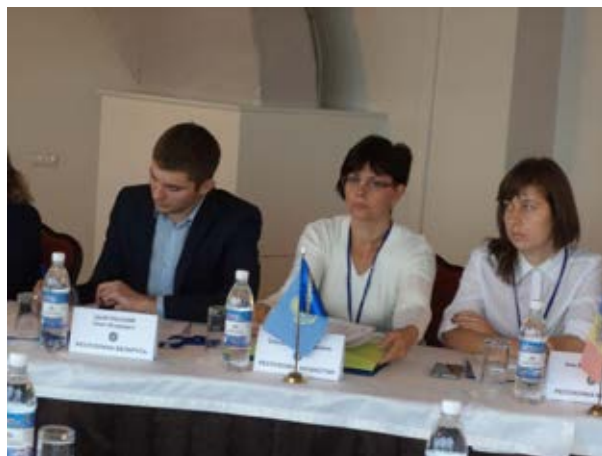


По результатам обсуждения принята к сведению информация о выполнении решений и рекомендаций предшествующих заседаний МГС, НТКМетр и РГ СО НТКМетр; о работах, выполненных в государствах

по СО за период, прошедший после 6-го заседания РГ СО НТКМетр; о ходе реализации «Программы по созданию и применению межгосударственных стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов на 2016–2020 годы»; о ходе реализации и внесении изменений в План пересмотра действующих нормативных документов МГС по стандартным образцам; о ходе разработки и пересмотра нормативных документов МГС по стандартным образцам.

Особое внимание было уделено вопросу о стадии рассмотрения проекта межправительственного Соглашения о сотрудничестве по созданию и применению стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов и вопросу о разработке СО содержания компонентов в биологических средах.

Более подробно рекомендации 7-го заседания РГ СО НТКМетр изложены в протоколе РГ СО НТКМетр № 7–2017, с которым можно ознакомиться на сайте МГС: www.easc@easc.org.by.



22-е заседание Технического Комитета 1.12 Евро-азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (КОOMET) «Стандартные образцы» (ТК 1.12 «СО» КОOMET)

The 22nd meeting of COOMET TC 1.12 «Reference Materials» (COOMET TC 1.12 «RMs»)

12–13 сентября 2017 года в г. Казани (Россия) на базе ООО «Отель «Ривьера» состоялось очередное 22-е заседание ТК 1.12 «Стандартные образцы» КОOMET (Евроазиатское сотрудничество государственных метрологических учреждений), организатор заседания – ФГУП «УНИИМ». В работе 22-го заседания приняли участие Корреспонденты ТК 1.12 «СО» и представители стран-членов КОOMET от Беларуси, Германии, Казахстана, Молдовы, России, Словакии и Украины, представитель ТК 1.8 КОOMET «Физико-химия», а также, Координаторы тем – специалисты различных областей национальной экономики России, участвующие в разработке конкретных типов стандартных образцов (СО).

Участники заседания обменялись информационными сообщениями о работах по проблеме СО в странах-участниках заседания за период, прошедший после 21-го заседания ТК 1.12 «СО» и о работах в рамках международных организаций: ИСО/РЕМКО, ТКЗ/ПКЗ МОЗМ, РГ СО НТКМетр МГС СНГ, ТК 1.8 «Физико-химия» КОOMET. На заседании были рассмотрены результаты работ по выполненным темам, состояние работ по текущим темам сотрудничества, касающимся разработки СО КОOMET и разработки нормативных документов по проблеме СО, выполняемых в ТК 1.12 «СО».

Сотрудничество в рамках ТК 1.12 в основном направлено на создание СО КОOMET, которые по своему статусу могут быть использованы в странах-членах КОOMET, присоединившихся к их признанию и допущенных к применению национальными органами по метрологии стран-членов КОOMET без дополнительных исследований. Данная возможность реализуется путем обязательного проведения экспериментальных работ с участием лабораторий стран-членов КОOMET. В 2016–2017 гг. такая работа среди общего количества проектов выполнялась по 20 темам, в том числе по 5 новым проектам по разработке СО:

698/RU/16 «Проведение работ по признанию СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда, включенного в Приложение С CIPM MRA, в качестве СО КОOMET»;

699/RU/16 «Проведение работ по признанию СО состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда, включенного в Приложение С CIPM MRA, в качестве СО КОOMET»;

700/RU/16 «Пилотные сличения СО состава раствора ионов железа»;

701/RU/16 «Пилотные сличения СО состава раствора ионов меди»;

729/RU/17 «Разработка СО состава (агрохимических показателей) почвы солонец бурый тяжело-суглинистой САСолП-05».

Информация по этим темам была подробно представлена на заседании Координатором тем Кремлевой О. Н. (ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, Россия) и Квеглис А. В. (Секретариат ТК 1.12, ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, Россия).

Наибольший интерес у участников вызвала информация по теме **648/RU/14** «Разработка СО массовой доли металлов в шлаке медеплавильного производства», представленная Координатором темы Собиной Е. П. и постановка новой темы **729/RU/17**, где предлагается совместная разработка СО состава (агрохимических показателей) почвы солонец бурый тяжело-суглинистой САСолП-05, а также дискуссия о понятии и значениях основных агрохимических показателей планируемого к разработке СО КОOMET.

На заседании также была рассмотрена Программа совместной разработки СО КОOMET, актуализированная по состоянию на сентябрь 2017 г. в рамках постоянно действующей темы КОOMET № 186/RU/99; заслушаны презентационные материалы по вновь предлагаемым темам по разработке СО КОOMET, обсуждены и уточнены содержание и сроки выполнения работ; информация о состоянии Реестра СО КОOMET и предложения стран-членов КОOMET по его актуализации.

В настоящее время в Реестр СО КОOMET и соответственно в БД СО КОOMET внесено 113 национальных типов СО стран-членов КОOMET, 16 из них считаются исключенными.

Особое внимание на заседании было уделено рассмотрению вопроса о разработке и пересмотре нормативных документов по СО в рамках KOOMET. Была представлена информация о пересмотре Рекомендации COOMET R/RM/22:2013 «Форма и содержание сертификата KOOMET на стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов», в частности, предполагалось выполнить мероприятия по корректировке Рекомендации в части используемой терминологии в связи с выходом новых документов ИСО по СО: ISO Guide 30:2015 «Reference materials – Selected terms and definitions – Стандартные образцы – Некоторые термины и определения»; ISO Guide 31:2015 «Reference materials – Contents of certificates, labels and accompanying

documentation – Стандартные образцы – содержание сертификатов, этикеток и сопроводительной документации»; ISO Guide 33:2015 «Reference materials – Good practice in using reference materials – Надлежащая практика применения стандартных образцов» и принято решение о подготовке и отправке Корреспондентам ТК 1.12 для согласования 2-й редакции проекта Рекомендации.

По каждому из рассмотренных на заседании вопросов были приняты решения, определяющие план дальнейших действий и сроки их выполнения. По результатам заседания составлен и подписан представителями стран-членов KOOMET протокол № 22–2017 ТК 1.12 «СО» KOOMET.





МЕЖДУНАРОДНАЯ НАУЧНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ИЗМЕРЕНИЯХ И ТЕХНОЛОГИЯХ



11-14 сентября 2018 года состоится III Международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Организатором мероприятия выступает *Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)* совместно с Научным методическим центром Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов – *Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ)*.

Приоритетная задача конференции состоит в создании открытой площадки обмена научной информацией фундаментальных и прикладных исследований по вопросам стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, а также в популяризации стандартных образцов как технической и нормативно-методической основы, необходимой для обеспечения и точности измерений.

Тематика конференции охватывает все направления, в которых стандартные образцы играют определенную роль. В ходе заседания планируется обсудить вопросы:

- теория и практика создания, производства, распространения и применения стандартных образцов;
- метрологическое обеспечение измерений в области биологических и многоэлементных стандартных образцов, фармацевтики, контроля качества и безопасности пищевых добавок и продуктов, экологического монито-

ринга, черной, цветной металлургии, атомной промышленности и др.;

- метрологическая прослеживаемость измерений, коммутативность;
- межлабораторные сличительные испытания;
- международное сотрудничество в области стандартных образцов;
- вопросы общеметрологического характера.

Конференция предполагает проведение пленарных и стеновых секций, а также возможность организации круглого стола, посвященного актуальным вопросам в области стандартных образцов.

К участию в обсуждении приглашаются зарубежные и российские ученые, преподаватели и аспиранты вузов, специалисты научно-исследовательских и метрологических институтов, региональных центров метрологии, предприятий и организаций промышленного сектора, осуществляющие свою деятельность в области создания, распространения и применения стандартных образцов, и другие заинтересованные лица.

Место проведения Конференции – г. Екатеринбург, один из крупнейших центров химической науки и промышленности России. Екатеринбург – город с богатым историческим и культурным наследием, имеющий уникальные исторические памятники, музеи, храмы, являющийся научным и деловым центром Уральского региона России.

Организационный комитет

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

Телефон: 8 (343) 350-72-42, 350-60-68

e-mail: conference@gssso.ru

www.conference.gssso.ru

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://gssso.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@uniim.ru.

В этом выпуске представлена информация о статьях, опубликованных в первом полугодии 2017 г. в журналах: «Журнал аналитической химии», «Измерительная техника», «Заводская лаборатория. Диагностика материалов», «Геохимия», «В мире неразрушающего контроля», «Биопрепараты. Профилактика. Диагностика. Лечение», «Компетентность», «Контроль качества продукции», «Молодежь и наука», «Успехи современной науки», «Труды ВИАМ».

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

Журнал АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ISSN	1061–9348
Учредитель	ФГУП «Академический научно-издательский, производственно-полиграфический и книгораспространительский центр Наука»
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://www.geokhi.ru/~zhakh

ЖУРНАЛ АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ.
2017. Т. 72. № 2. С. 99–118.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ И ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ: ПРОБЛЕМЫ И РЕШЕНИЯ

Васильева И. Е., Шабанова Е. В.

Обзор публикаций по созданию и применению стандартных образцов для химического анализа геологических материалов и объектов окружающей среды в целях обеспечения единства измерений.

Ключевые слова: стандартный образец, геологические материалы, объекты окружающей среды, методы элементного, изотопного, фазового анализа.

Журнал «ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ»

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

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ.

2017. Т. 83. № 3. С. 12–16.

ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 17 СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ / КВАДРУПОЛЬ-ВРЕМЯПРОЛЕТНОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

Амелин В. Г., Большаков Д. С.

Предложен простой способ пробоподготовки, быстрого скрининга и определения 17 красителей, маркированных индексом Е, в пищевых продуктах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии/квадруполь-времяпролетной масс-спектрометрии высокого разрешения. Пробоподготовка твердых образцов включала твердофазно-жидкостную экстракцию ацетонитрилом, разбавление экстракта в два раза деионированной водой, фильтрование и хроматографирование, для напитков – центрифугирование, разбавление в 10 раз, фильтрование и хроматографирование. Пределы определения составили 0,1–300 нг/г. Предложена схема скрининга и определения красителей в пищевых продуктах, включающая идентификацию красителей по точной массе иона (m/z), времени удерживания и совпадению изотопного распределения $mSigma$, а также определение красителей методом стандартной добавки в случае их обнаружения. Относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышало 0,1. Продолжительность анализа составляла 0,5–1 ч.

Ключевые слова: синтетические красители, пищевые продукты, высокоэффективная жидкостная хроматография, времяпролетная масс-спектрометрия высокого разрешения

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ.

2017. Т. 83. № 1–II. С. 45–51.

СИНТЕЗ И ИСПЫТАНИЯ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СОСТАВА ГРАФИТОВОГО КОЛЛЕКТОРА МИКРОПРИМЕСЕЙ

Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Кубрина Е. Д.

Обсуждены особенности синтеза материалов комплекта из шести стандартных образцов состава графитового коллектора микропримесей нового типа – СОГ-30. Приведены результаты установления состава основы СО – графита осч 8–4, исследований степени неоднородности, стабильности, взаимной согласованности СО. Представлены итоги испытаний СОГ-30, выполненных во ФГУП «УНИИМ» на государственном вторичном эталоне ГВЭТ 19-1-2012 методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (масс-спектрометр NexION-300D).

Ключевые слова: стандартный образец состава, графитовый коллектор, синтез материала, испытания

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ.

2017. Т. 83. № 1–II. С. 70–77.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ЧУГУНА И СТАЛИ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА, РАЗРАБОТАННЫЕ ЗАО «ИНСТИТУТ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ»

Степановских В. В.

Рассмотрены состояние и перспективы разработки стандартных образцов в современных условиях. Представлены метрологические характеристики стандартных образцов чугуна и стали для спектрального анализа, разработанных ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО») за последние 5 лет.

Ключевые слова: стандартный образец чугуна, стандартный образец стали, испытания стандартных образцов, спектральный анализ

Журнал «ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА»

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

ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА.
2017. № 3. С. 63–65.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОБЛЕМЫ СТРОИТЕЛЬНОЙ ВЛАГОМЕТРИИ

Ройфе В. С., Верховский А. А., Запорожец А. С., Парфенова Е. Г., Козынченко В. Б.

Приведены некоторые аспекты метрологического обеспечения строительной влагометрии. Рассмотрена возможность поверки диэлькометрических влагомеров с помощью стандартных образцов. Показаны достоинства и недостатки стандартных образцов-имитаторов и стандартных образцов, основанных на натуральных веществах. С целью совершенствования системы метрологического обеспечения строительной отрасли поставлены задачи создания широкой номенклатуры стандартных образцов и разработки нормативных документов, регламентирующих методы и средства поверки влагомеров строительных материалов.

Ключевые слова: влагометрия, диэлькометрический метод, стандартизация, стандартные образцы, образцы-имитаторы

Журнал «ГЕОХИМИЯ»

ISSN	0016–7525
Учредитель	ФГУП «Академический научно-издательский, производственно-полиграфический и книгораспространительский центр Наука»
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://www.naukaran.com/zhurnali/katalog/geohimija

ГЕОХИМИЯ.
2017. № 2. С. 186–193.

ЭЛЕМЕНТЫ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ И ЗОЛОТО В СТАНДАРТНОМ ОБРАЗЦЕ ЖЕЛЕЗОМАРГАНЦЕВОЙ КОНКРЕЦИИ NOD-A-1

Бережная Е. Д., Дубинин А. В.

Методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой выполнены определения Ru, Pd, Ir, Pt и Au в стандартном образце железомарганцевой конкреции NOD-A-1. Химическая пробоподготовка включала в себя кислотное разложение и сорбционное концентрирование на анионите. Применение метода стандартных добавок позволило исключить влияние потерь аналита при ионообменной хроматографии. Полученные данные по содержаниям платиноидов хорошо согласуются с опубликованными ранее результатами. Низкая сходимости между разными пробами одного образца для золота, вероятно, свидетельствует о его неравномерном распределении. Накопление платиновых элементов в железомарганцевых конкрециях рассмотрено на примере международных стандартных образцов.

Журнал «БИОПРЕПАРАТЫ. ПРОФИЛАКТИКА. ДИАГНОСТИКА. ЛЕЧЕНИЕ»

ISSN	2221–996X
Учредитель	ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения» Министерства здравоохранения Российской Федерации
Страна	Россия
Периодичность	ежеквартально
Официальный сайт	http://journals.regmed.ru/

БИОПРЕПАРАТЫ. ПРОФИЛАКТИКА. ДИАГНОСТИКА. ЛЕЧЕНИЕ.
2017. Т. 17. № 1 (61). С. 27–31.

ПРОБЛЕМЫ ОЦЕНКИ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ МЕТОДИК ИСПЫТАНИЙ И СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ИММУНОБИОЛОГИЧЕСКИХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ

Волкова Р. А., Фадейкина О. В.

В статье представлены обобщенные материалы анализа нормативно-методических документов, опыта валидации аналитических методик и аттестации стандартных образцов (СО) биологических лекарственных средств, на основе которых предложен принцип оценки неопределенности методик испытания и неопределенности аттестованного значения СО для определения показателей качества биологических лекарственных средств по стандартному отклонению результатов испытаний в условиях промежуточной прецизионности / воспроизводимости. Расширенную неопределенность методики оценивали как 2 стандартных отклонения результатов испытаний образцов в условиях промежуточной прецизионности / воспроизводимости в установленном диапазоне значений определяемых величин, а неопределенность СО – как 2 стандартных отклонения результатов испытаний СО в условиях промежуточной прецизионности / воспроизводимости. Поскольку в настоящее время для большинства биологических лекарственных средств СО используется в той же методике, с помощью которой он был аттестован, средством передачи единицы измерения является аналитическая система: стандартный образец и используемая методика.

Ключевые слова: неопределенность, методика, стандартный образец, биологические лекарственные средства

Журнал «В МИРЕ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ»

ISSN	1609–3178
Учредитель	ООО «Свен»
Страна	Россия
Периодичность	ежеквартально
Официальный сайт	http://www.ndtworld.ru/

В МИРЕ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ.
2017. Т. 20. № 1. С. 30–31.

СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ И СТАНДАРТИЗАЦИИ В ОБЛАСТИ НК ПОКРЫТИЙ РАДИАЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ

Казанцев В. В., Васильев А. С.

Проведён анализ состояния и перспектив развития метрологического обеспечения и стандартизации в области измерений поверхностной плотности, толщины и химического состава покрытий. Приведены основные характеристики государственного первичного эталона единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168-2015 и разработанных многофункциональных стандартных образцов.

Ключевые слова: стандартные измерения, покрытия, поверхностная плотность, массовая доли элементов в покрытиях



Журнал «ТРУДЫ ВИАМ»

ISSN	2307–6046
Учредитель	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://viam-works.ru

Труды ВИАМ.
2017. № 5 (53). С. 6.

ОПЫТ РАЗРАБОТКИ И ПРОИЗВОДСТВА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Д16

Ерошкин С. Г., Дынин Н. В., Орлов Г. В., Петров П. С.

При проведении количественного химического анализа спектральными методами для расчета содержания элементов в образце используют градуировочные зависимости аналитического сигнала от концентрации определяемого элемента. Для построения градуировочных зависимостей применяют стандартные образцы (СО) состава материала. Стандартные образцы также применяются для аттестации методик измерений, поверки средств измерений, контроля правильности и прецизионности результатов измерений и пр. Во ФГУП «ВИАМ» разрабатывают и выпускают СО состава сплавов на различных основах, включая СО алюминиевых сплавов. Широкое применение алюминиевых сплавов в различных отраслях промышленности обуславливает спрос на СО алюминиевых сплавов, востребованность их на рынке и актуальность работ по разработке и производству СО алюминиевых сплавов. В данной работе приведены результаты исследований материала СО алюминиевого сплава Д16, выплавленного с применением двух различных технологий литья. По результатам исследований выбрана технология, обеспечивающая наилучшие характеристики материала СО. Проведена предварительная аттестация химического состава материала СО сплава Д16 различными методами.

Ключевые слова: стандартные образцы, алюминиевые сплавы, спектральные методы

Журнал «КОМПЕТЕНТНОСТЬ»

ISSN	1993–8780
Учредитель	ГОУ ДПО «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)»
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://www.asms.ru

КОМПЕТЕНТНОСТЬ.
2017. № 2 (143). С. 40–46.

ОЦЕНКА СООТВЕТСТВИЯ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СО И МИ ВЫСОКОГО УРОВНЯ

Каблов Е. Н., Чабина Е. Б., Морозов Г. А., Муравская Н. П.

Говорится о проблеме контроля качества создаваемых новых металлических материалов с заданными эксплуатационными свойствами на примере жаропрочных никелевых сплавов; о необходимости контроля химического состава и механических свойств материала, его структурно-фазового состояния. Статья подготовлена в рамках реализации комплексной проблемы 2.1 «Фундаментально-ориентированные исследования»

Ключевые слова: стандартный образец, методика измерений, средство измерения, первичный эталон, структура, состав, жаропрочный никелевый сплав

Журнал «КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ»

ISSN	2541–9900
Учредитель	Общество с ограниченной ответственностью Рекламно-информационное агентство Стандарты и качество
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://ria-stk.ru/mos/detail.php

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ.
2017. № 4. С. 39–46.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ В ОБЕСПЕЧЕНИИ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ВОДЫ

Атанов А. Н., Болдина О. В., Гагаринов С. В., Приписнова В. А., Сидорова Л. С.

Описан опыт использования схем прослеживаемости результатов измерений к единицам системы SI производителем стандартных образцов в области измерений показателей качества и безопасности воды.

Ключевые слова: стандартные образцы, аттестованные методики измерений, прослеживаемость, первичные методы измерения

Журнал «МОЛОДЕЖЬ И НАУКА»

ISSN	2308–0426
Учредитель	ФГБОУ ВО «Уральский государственный аграрный университет»
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://min.usaca.ru

МОЛОДЕЖЬ И НАУКА.
2017. № 3. С. 41.

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАССОВОЙ ДОЛИ СЫРОЙ КЛЕЙКОВИНЫ В ЗЕРНЕ ПШЕНИЦЫ

Парфенова Е. Г., Баклыков М. И., Запорожец А. С., Молодых С. Н.

В данной статье рассматривается разработка нового типа стандартных образцов (СО) массовой доли клейковины в зерне пшеницы. Показана необходимость создания стандартных образцов для контроля точности результатов измерений, а также для оценки метрологических характеристик средств измерений показателей качества зерна. Кроме того, в статье приводятся результаты исследований и установления метрологических характеристик стандартных образцов массовой доли клейковины в зерне пшеницы.

Ключевые слова: метрологическое обеспечение, показатели качества зерна, клейковина, стандартные образцы

Журнал «УСПЕХИ СОВРЕМЕННОЙ НАУКИ»

ISSN	2412–6608
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://modernsciencejournal.org



УСПЕХИ СОВРЕМЕННОЙ НАУКИ.
2017. Т. 9. № 3. С. 85–88.

СТАНДАРТНЫЙ ОБРАЗЕЦ КАК СРЕДСТВО ОБЕСПЕЧЕНИЯ КОНТРОЛЯ ВЕТЕРИНАРНЫХ ИММУНОБИОЛОГИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ

Михеев В. Е., Матвеева И. Н.

В работе представлены данные о начале исследований по получению и аттестации отраслевого стандартного образца сыворотки антитоксической, калиброванной по содержанию специфического иммуноглобулина класса G в международных единицах активности к эпсилон-токсину *Clostridium perfringens*. Авторы провели сравнение твердофазного иммуноферментного анализа с реакцией нейтрализации токсина на мышах как метода количественного определения антитоксических антител против эпсилон-токсина клостридий в сыворотке крови животных.

Ключевые слова: эпсилон-токсин, вакцины, энтеротоксемия, *clostridiumperfringens*, отраслевой стандартный образец

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

С. Т. Агишева

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 10890–2017 СО СОСТАВА ОКСИТЕТРАЦИКЛИНА ГИДРОХЛОРИДА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли окситетрациклина гидрохлорида в лекарственных средствах, в состав которых входит окситетрациклина гидрохлорид. СО может использоваться для: градуировки, калибровки СИ при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик градуировки, калибровки СИ; аттестации методик измерений массовой доли окситетрациклина гидрохлорида 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 окситетрациклину гидрохлориду; определения подлинности окситетрациклина гидрохлорида 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 окситетрациклина гидрохлорида, %.

Материал СО представляет гигроскопичный порошок субстанции окситетрациклина гидрохлорида желтого цвета; материал расфасован по (50 ± 10) мг в запаиваемые стеклянные ампулы.

ГСО 10891–2017 СО СВОЙСТВ И СОСТАВА СУХОГО МОЛОКА (СО СМОЛ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений кислотности, индекса растворимости сухого молока и массовой доли влаги, жиров, лактозы, азота и белка в сухом молоке по ГОСТ 30305.3–95, ГОСТ 30305.4–95, ГОСТ 29246–91, ГОСТ 29247–91, ГОСТ 29248–91, ГОСТ Р 51259–99, ГОСТ 23327–98, ГОСТ 30648.2–99 и ГОСТ Р 53951–2010.

Область применения – пищевая и сельскохозяйственная промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – кислотность ($^{\circ}\text{T}$); индекс растворимости сухого молока (см^3 сырого осадка); массовая доля влаги, жиров, лактозы, азота и белка в сухом молоке, %. Температура сушки при определении массовой доли влаги – $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$, коэффициент пересчета массовой доли азота на массовую долю белка – 6,38.

Материал СО представляет собой однородный порошок частично обезжиренного сухого молока, расфасованный в стеклянные флаконы, заполненные аргоном, плотно закрытые резиновыми пробками с металлическим обжимом, масса материала во флаконе от 6 г до 25 г (в соответствии с требованием заказчика).

ГСО 10892–2017 СО СОСТАВА ЛАТУНЕЙ СВИНЦОВЫХ (комплект VSLS 1)

СО предназначены для градуировки СИ, аттестации методик измерений, применяемых при определении состава латуней свинцовых марок ЛС64–2, ЛС63–3, ЛС59–1В, ЛС59–1, ЛС58–2, ЛС58–3, ЛС59–2, ЛЖС58-1-1 (ГОСТ 15527–2004); ЛЦ40С, ЛС40СД (ГОСТ 17711–93) и ЛС, ЛС4, ЛСд, ЛСдч, ЛОС (ГОСТ 1020–97) спектральными и химическими методами. СО могут быть использованы при поверке, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, контроле точности результатов измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, 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 ± 3) 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 стандартных образцов. СО в виде стружки расфасованы в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество образцов в комплекте – 6.

ГСО 10893–2017 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ ГЖО (СО-41)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки ГЖО (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля). СО может использовать-

ся при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ, программах испытаний.

Область применения – геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды, лабораторные исследования состава и свойств угля.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – зольность (Ad), %; массовая доля серы общей (Std), %; действительная плотность (drd), г/см³. Аттестованные значения установлены в расчете на сухое состояние топлива по ГОСТ 27313–2015.

Материал СО изготовлен из угля каменного марки ГЖО (ГОСТ 25543–2013).

СО представляет собой порошок, с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы.

ГСО 10894–2017 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ ОС (СО-42)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки ОС (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля). СО может использоваться при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ, программах испытаний.

Область применения – геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды, лабораторные исследования состава и свойств угля.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – зольность (Ad), %; массовая доля серы общей (Std), %; выход летучих веществ (Vd), %; действительная плотность (drd), г/см³. Аттестованные значения установлены в расчете на сухое состояние топлива по ГОСТ 27313–2015.

Материал СО изготовлен из угля каменного марки ОС (ГОСТ 25543–2013). СО представляет собой порошок, с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы.

ГСО 10895–2017 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ Г (СО-43)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки Г (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля). СО может использоваться при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях СИ в целях утверждения типа, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ, программах испытаний.

Область применения – геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды, лабораторные исследования состава и свойств угля.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – зольность (Ad), %; массовая доля серы общей (Std), %; массовая доля фосфора (Pd), %; действительная плотность (drd), г/см³. Аттестованные значения установлены в расчете на сухое состояние топлива по ГОСТ 27313–2015.

Материал СО изготовлен из угля каменного марки Г (ГОСТ 25543–2013). СО представляет собой порошок, с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы.

ГСО 10896–2017 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ Т (СО-44)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава и свойств угля каменного марки Т (ГОСТ 25543–2013) и других близких по составу объектов (лигнитов, бурых и каменных углей, антрацитов, горючих сланцев, продуктов обогащения и переработки угля, брикетов, кокса, полукокса, термоантрацитов, торфа, породных прослоек, сопровождающих пласты угля). СО может использоваться при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ, программах испытаний.

Область применения – геология, угольная промышленность, охрана окружающей среды, лабораторные исследования состава и свойств угля.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – зольность (Ad), %;

массовая доля серы общей (Std), %; массовая доля фосфора (Pd), %; действительная плотность (drd), г/см³; выход летучих веществ (Vd), %. Аттестованные значения установлены в расчете на сухое состояние топлива по ГОСТ 27313–2015.

Материал СО изготовлен из угля каменного марки Т (ГОСТ 25543–2013). СО представляет собой порошок, с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы.

ГСО 10897–2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА ХЛОРИДА НАТРИЯ (комплект NaCl 0,05–7,0)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации хлорида натрия в водных растворах; градуировки СИ, предназначенных для измерения массовой доли и (или) массовой концентрации хлорида натрия в водных растворах; поверки СИ при условии соответствия метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках поверки соответствующих СИ; контроля метрологических характеристик СИ при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения – измерения физико-химических свойств, контроль качества воды, охрана окружающей среды, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля хлорида натрия в растворе, %; массовая концентрация хлорида натрия в растворе, мг/дм³.

Материалом СО является раствор хлорида натрия в деионизированной воде, расфасованный по (5,0±0,5) см³ в полиэтиленовые или фторопластовые светонепроницаемые флаконы-капельницы с завинчивающейся крышкой. Количество образцов в комплекте – 8.

ГСО 10898–2017 СО УДЕЛЬНОЙ ЭНТАЛЬПИИ И УДЕЛЬНОЙ ТЕПЛОЕМКОСТИ МОЛИБДЕНА (СОТС-6 УНИИМ)

СО предназначен для испытаний, в том числе в целях утверждения типа, поверки и калибровки СИ, предназначенных для определения энтальпии и теплоемкости методами смешения со сбрасываемым образцом и непосредственного адиабатического нагрева, приборов и установок для измерений удельной теплоемкости твердых тел.

Область применения – атомная энергетика, авиационная промышленность, геология и металлургия, химическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – удельная энтальпия Н(Т)–Н(298,15), кДж/кг; удельная теплоемкость Ср, кДж/(кг·К).

СО представляет собой фрагменты прутка молибдена марки МШ Ч-1 (по ТУ 48–19–69–80) произвольной формы. Материал СО расфасован по 1 г и более (по требованию заказчика) в полиэтиленовые пакеты, упакованные в пластиковые контейнеры.

ГСО 10899–2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА (МАСЛИЧНОСТИ) В СЕМЕНАХ ПОДСОЛНЕЧНИКА

СО предназначен для испытаний СИ в целях утверждения типа, аттестации методик измерений, а также контроля точности результатов измерений массовой доли жира (масличности) в масличных культурах и продуктах их переработки. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ состава масличных культур при условии соответствия метрологических характеристик требованиям методики поверки, методики калибровки.

Область применения – масложировая, зерноперерабатывающая, пивоваренная, комбикормовая промышленность, сельское хозяйство, приборостроение.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля жира (масличность), %.

Материал СО представляет собой семена подсолнечника по ГОСТ 22391–2015, расфасованные в герметичные полиэтиленовые пакеты массой от 50 г до 500 г, соответствующей массе пробы семян, измеряемой на анализаторе состава или указанной в методике измерений.

ГСО 10900–2017 СО УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ КВАРЦЕВОГО ПЕСКА (QSiO₂ СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной поверхности кварцевого песка. СО может применяться для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии его соответствия требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа соответственно.

Область применения – nanoиндустрия, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – удельная поверхность, м²/г.

Материал СО представляет собой порошок кварцевого песка с размерами частиц не более 200 мкм, расфа-

сованный от 10 г до 50 г (по требованию заказчика) в стеклянные банки с крышками.

ГСО 10901-2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ ОКСИДА АЗОТА, ДИОКСИДА АЗОТА В АЗОТЕ

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений методик (методов) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в баллоне под давлением, состоящую из оксида азота, диоксида азота в газе–разбавителе азоте. Смесь, содержащая оксид азота, находится под давлением (7–10) МПа в баллоне из алюминиевых сплавов по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015 при значении объемной доли определяемого компонента менее 0,01 % или углеродистой стали по ГОСТ 949–73 в остальных случаях, вместимостью (1–50) дм³, снабженном вентилем из нержавеющей стали типа ВС-16, ВБ-20С. Смесь, содержащая диоксид азота, находится под давлением (7–10) МПа в баллоне из металлокомпозитного материала по ТУ 2296-010-13833523-07, вместимостью (1–10) дм³, снабженном вентилем из нержавеющей стали типа ВС-16, ВБ-20С.

ГСО 10902-2017 СО СОСТАВА БРОНЗ БЕЗОЛОВЯННЫХ (комплект VSB3.2)

СО предназначены для градуировки СИ, аттестации методик измерений, применяемых при определении состава бронз безоловянных марок БрА10ЖЗр, БрА10ЖЗ, БрА10ЖЗМн2, БрА9ЖЗЛ; БрАЖ9–4; БрАЖМц10-3-1,5 (ГОСТ 493–79, ГОСТ 18175–78, ГОСТ 614–97) спектральными и химическими методами анализа. СО могут быть использованы при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, контроле точности результатов измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, 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 ГОСТ 13610–79) с массовой долей железа не менее 99,9 % и алюминия марки А 995 (ГОСТ 11069–2001) с массовой долей алюминия не менее 99,99 % с введением примесей в виде двойных лигатур на основе меди. СО представляют собой цилиндры диаметром (45±3) 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 в виде стружки расфасованы в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество образцов в комплекте – 8.

СО состава бронз безоловянных (комплект VSB3.2) является аналогом ранее выпущенного ООО «Виктори–Стандарт» ГСО 9526–2010 СО состава бронз (комплект VSB3).

ГСО 10903-2017 СО СОСТАВА ЗОЛОТА АФФИНИРОВАННОГО (комплект СО ЗлН)

СО предназначены для градуировки СИ, контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений, применяемых при определении состава золота аффинированного, если погрешность методик измерений не менее чем в три раза превышает погрешность соответствующего аттестованного значения СО. СО могут быть использованы при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний.

Область применения – металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля, %.

Материал СО представляет собой сплав золота аффинированного по ГОСТ 28058–89 и 16 элементов–примесей. Входящие в комплект СО представляют собой пластины размерами не менее (70 x70) мм, толщиной от 0,3 мм до 0,9 мм или стружку крупностью частиц не более 1 мм. СО в виде пластин упакованы в полиэтиленовые пакеты. СО в виде стружки расфасованы в полиэтиленовые банки с закручивающимися крышками массой не менее 20 г. Количество образцов в комплекте – 3.

СО состава золота аффинированного (комплект СО ЗлН) является аналогом ранее выпущенных ОАО «Красцветмет» ГСО 10151–2012 СО состава золота аффинированного (комплект СО Зл) и ГСО 10812–2016 СО состава золота аффинированного (комплект СО ЗлА).

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 которых продлен во второй половине 2017 г., представлен в табл. 1.

Таблица 1. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен в 2017 г.

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
<i>Приказ Росстандарта от 31 мая 2017 г. № 1134</i>		
ГСО 7012–93/7014–93	СО состава водных растворов ионов свинца (комплект № 2К)	серийное
ГСО 7107–94/7109–94	СО состава водных растворов ионов бария (комплект № 21К)	серийное
ГСО 7143–95/7144–95	СО состава водных растворов ионов мышьяка (III) (комплект № 11К)	серийное
ГСО 7145–95/7147–95	СО состава водных растворов ионов стронция (комплект № 25К)	серийное
ГСО 7421–97	СО состава раствора неонала АФ 9–12	серийное
ГСО 7998–93/8000–93	СО состава водных растворов ионов меди (комплект № 3К)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 31 мая 2017 г. № 1142</i>		
ГСО 10109–2012	СО температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле (СО ТВОТ-ПА)	серийное
ГСО 10112–2012	СО общего щелочного числа нефтепродуктов (СО ЩЧ-ПА)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 31 мая 2017 г. № 1144</i>		
ГСО 3435–86/3446–86	СО удельной электрической проводимости (сплавы на основе меди) комплект	серийное
ГСО 8203–2002	СО имитатора массовой концентрации остаточного активного хлора в воде и водных средах	серийное
ГСО 8204–2002	СО состава раствора ионов серебра	
ГСО 8205–2002	СО состава раствора ионов меди (II)	серийное
ГСО 8206–2002	СО общей жесткости воды	серийное
ГСО 10123–2012	СО гранулометрического состава СМС-3000	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
<i>Приказ Росстандарта от 2 июня 2017 г. № 1183</i>		
ГСО 8789–2006	СО состава водного раствора этанола ВРЭ-2	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 2 июня 2017 г. № 1192</i>		
ГСО 10108–2012	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (СО ТЗН-ПА)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 19 июня 2017 г. № 1340</i>		
ГСО 10070–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-2–НС	серийное
ГСО 10071–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-5–НС	серийное
ГСО 10072–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-10–НС	серийное
ГСО 10073–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-20–НС	серийное
ГСО 10074–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-30–НС	серийное
ГСО 10075–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-60–НС	серийное
ГСО 10076–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-100–НС	серийное
ГСО 10077–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-200–НС	серийное
ГСО 10078–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-300–НС	серийное
ГСО 10079–2012	СО вязкости жидкости РЭВ-1000–НС	серийное
ГСО 10096–2012	СО чугуна коррозионностойкого (отбеленного) (CRM 11X 0331.1)	единичный ВВОЗ
ГСО 10097–2012	СО чугуна коррозионностойкого (отбеленного) (CRM 11X 0331.3)	единичный ВВОЗ
ГСО 10098–2012	СО чугуна коррозионностойкого (отбеленного) (CRM 11XS 1/CR 5)	единичный ВВОЗ
<i>Приказ Росстандарта от 19 июня 2017 г. № 1341</i>		
ГСО 10066–2012	СО содержания металлов в нефтепродуктах (СО СМН-ПА)	серийное
ГСО 10113–2012	СО массовой доли нефтепродуктов в кварцевом песке (СО МДНП-ПА)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 19 июня 2017 г. № 1374</i>		
ГСО 8938–2008	СО минерального состава воды природной (СО МСВ АПАВ)	серийное
ГСО 10067–2012	СО состава раствора неона АФ 9–12 в тетрахлометане	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 7 июля 2017 г. № 1505</i>		
ГСО 549–88П	СО сплава на никелевой основе типа ХН80ТБЮ (Н7)	серийное
ГСО 1436–88П	СО концентрата железovanадиевого (Р15)	серийное
ГСО 1634–2002	СО порошка железного типа ПЖВ4 (Р16)	серийное
ГСО 3011–2002	СО порошка железного типа ПЖВ3 (Р21)	серийное
ГСО 4087–87	СО концентрата цирконового типа КЦ3 (К8)	серийное
ГСО 4389–88	СО окатышей металлизированных (Р10)	серийное
ГСО 4461–93П	СО стали углеродистой типа Ст0 (У10)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 7 июля 2017 г. № 1507</i>		
ГСО 10082–2012	СО изотопного состава хрома (SRM 979)	единичный ВВОЗ

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
<i>Приказ Росстандарта от 7 июля 2017 г. № 1508</i>		
ГСО 10083–2012	СО изотопного состава свинца (SRM 981)	единичный ввоз
ГСО 10099–2012	СО поверхностной плотности и толщины танталового покрытия на стекле (комплект ППТ-2–Ta/C)	серийное
ГСО 10120–2012	СО перманганатной окисляемости воды	серийное
ГСО 10143–2012	СО состава кислоты лимонной (КЛ СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 10 июля 2017 г. № 1514</i>		
ГСО 10068–2012	СО состава раствора неолола АФ 9–10	серийное
ГСО 10069–2012	СО состава раствора додецилсульфоновой кислоты натриевой соли	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 1 августа 2017 г. № 1663</i>		
ГСО 1639–93П	СО стали легированной типа Р6М5 (С24)	серийное
ГСО 1769–88П	СО флюса сварочного плавящего типа АН-20С (Ш7)	серийное
ГСО 2482–93П/2487–93П	СО чугунов передельных типов ПФ1, ПФ3, П2, ПВК3 (комплект СО ЧГ1–ЧГ6)	серийное
ГСО 2909–92П	СО чугуна типа П2 (Ч8)	серийное
ГСО 8099–2002	СО сталей легированных типов 30ХНМЛ, 30ХГ1, 5МФРЛ, 35ХГСА, 20ХН4ФА, 25Х2ГНМФЛ, 12ДХН1МФЛ (комплект СО УГ81–УГ86)	серийное
ГСО 8127–2002	СО пылевых выбросов мартеновских (ЗЗ)	серийное
ГСО 8129–2002	СО пылевых выбросов доменных (З5)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 7 августа 2017 г. № 1688</i>		
ГСО 8715–2005	СО поверхностной плотности изотопа уран-235 (комплект СОППУ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 7 августа 2017 г. № 1686</i>		
ГСО 8124–2002	СО минерального состава воды природной (СО МСВ К1)	серийное
ГСО 10128–2012	СО состава крови, содержащей кадмий, (BL–Cd)	серийное
ГСО 10129–2012	СО состава крови, содержащей бериллий, (BL–Be)	серийное
ГСО 10138–2012	СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ)	серийное
ГСО 10148–2012	СО массовой доли влаги в сухих молочных продуктах	серийное
ГСО 10156–2012	СО гранулометрического состава СМС-55	серийное
ГСО 10169–2012	СО моногидрата оксалата кальция	
<i>Приказ Росстандарта от 7 августа 2017 г. № 1687</i>		
ГСО 4391–88	СО состава натрия хлористого 1–го разряда	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 9 августа 2017 г. № 1707</i>		
ГСО 7288–96	СО состава хлороформа	серийное
ГСО 7289–96	СО состава гексадекана	серийное
ГСО 7323–96	СО состава изоктана	серийное
ГСО 7333–96	СО состава толуола	серийное
ГСО 7337–96/7339–96	СО состава водных растворов ионов бора (комплект № 39К)	серийное
ГСО 7340–96/7342–96	СО состава водных растворов ионов селена (IV) (комплект № 24К)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
ГСО 7374–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-1)	серийное
ГСО 7375–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-2)	серийное
ГСО 7376–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-3)	серийное
ГСО 7377–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-4)	серийное
ГСО 7378–97	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-5)	серийное
ГСО 8004–93/8006–93	СО состава водных растворов ионов ртути (комплект № 9К)	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:

- 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).
- 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

