# Стандартные образцы

Tom Vol 13

№3-4

2017











Reference Materials

### Tom / Vol. 13 № 3-4, 2017

#### «СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ»

# Ежеквартальный научно-технический журнал

#### УЧРЕДИТЕЛЬ И ИЗДАТЕЛЬ:

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

#### ТИПОГРАФИЯ:

000 «Типография Для Вас» 620026, г. Екатеринбург, ул. Розы Люксембург, 52a, оф. 3 Телефон: +7 (343) 211-03-00

#### 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

#### «REFERENCE MATERIALS»

# Quarterly scientific and technical journal

#### FOUNDER & PUBLISHER:

Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg 620075
the Russian Federation

#### PRINTING HOUSE:

LLC «Tipografija Dlja Vas»
Ofc 3, 52a Rozy Ljuksemburg St., Ekaterinburg 620026
Telephone: +7 (343) 211-03-00

#### **EDITORIAL OFFICE:**

4 Krasnoarmeyskaya 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 Сайт: 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 30.12.2017. Дата выхода в свет 25.04.2018. Формат 80 × 108 1/16. Печать офсетная. Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 6,6 Тираж 200 экз. Заказ № 148. Журнал «Стандартные образцы» имеет тематическую направленность и публикует результаты фундаментальных и прикладных исследований специалистов, работающих в области метрологии и смежных наук, связанных с вопросами стандартных образцов, на территории Российской Федерации и за рубежом.

Приоритетные задачи и направления журнала состоят в создании открытой площадки для обмена научной информацией, 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.

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.

Публикуемые материалы, соответствуют следующим темам:

- 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;
- 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.

В журнале может быть опубликована статья любого автора вне зависимости от места проживания, национальности и наличия ученой степени, не опубликованная ранее, не предназначенная 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, 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 наличие в материалах 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, рекомендованных ВАК (группа специальностей 05.11.00 — приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы);

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

The published materials correspond to the following topics:

- 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.
- 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.

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 papers for publication in the journal is implemented on an ongoing basis.

#### SECTIONS:

Editorial

· Scientific and methodological approaches, concepts

Original papers

- Development, 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 a Creative Commons Attribution 4.0 International license.



#### ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

#### Медведевских Сергей Викторович

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

#### ЗАМЕСТИТЕЛИ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

#### Собина Егор Павлович

канд. хим. наук, заведующий лабораторией метрологического обеспечения и наноиндустрии ФГУП «УНИИМ», член-корреспондент Метрологической академии, г. Екатеринбург, Российская Федерация **Кремлева 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  $\Phi$ ГУП «УНИИМ»,

г. Екатеринбург, Российская Федерация

#### ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ Тараева Наталия Сергеевна

ФГУП «УНИИМ».

г. Екатеринбург, Российская Федерация

#### **KOPPEKTOP**

Бортникова Алена Валерьевна

#### ПЕРЕВОДЧИК

#### Квеглис Анна Викторовна

ФГУП «УНИИМ»,

г. Екатеринбург, Российская Федерация

### ВЕРСТКА, ЦВЕТОКОРРЕКЦИЯ Бабушкин Г. А.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ:

#### Атанов Александр Николаевич

канд. хим. наук, генеральный директор 000 «Центр стандартных образцов и высокочистых веществ», заслуженный химик Российской Федерации

г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

#### Барановская Василиса Борисовна

д-р хим. наук, старший научный сотрудник ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН»; ОАО «Государственный научно-исследовательский институт редкометаллической промышленности «ГИРЕДМЕТ»; доц. кафедры «Сертификация и аналитический контроль» Национального исследовательского технологического университета «МИСиС» г. Москва, Российская Федерация

#### Васильева Ирина Евгеньевна

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

#### Волкова Рауза Асхатовна

д-р биол. наук, начальник лаборатории молекулярно-биологических и генетических методов испытаний Испытательного центра экспертизы качества медицинских иммунобиологических препаратов ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения Росздравнадзора» Министерства здравоохранения Российской Федерации

г. Москва, Российская Федерация

#### Дидик Юрий Иванович

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

#### Донбаева Вера Алексеевна

ведущий эксперт РГП «Казахстанский институт метрологии» (КазИнМетр)

г. Алматы, Казахстан

#### Добровинский Игорь Евсеевич

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

#### Казанцев Вячеслав Васильевич

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

#### Кулев Дмитрий Христофорович

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

г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

#### Кусельман Илья Исаевич

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

#### 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

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

#### **DEPUTY CHIEF EDITORS**

#### Egor P. Sobina

Ph.D. (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

Ph.D. (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

Gleb A. Babushkin

#### EDITORIAL BOARD:

#### Alexander N. Atanov

Ph.D. (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

D.Sc. (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 and Design Institute of Rare Metal Industry «GIREDMET»; Leading Researcher, Associate Professor.

the National University of Science and Technology «MISiS» Moscow, the Russian Federation

#### Irina E. Vasileva

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

#### Rauza A. Volkova

D.Sc. (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

#### /unio I Didik

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

#### laor E. Dobrovinskiv

Ph.D. (Eng.), corresponding member of the Russian Academy of Metrology

Ekaterinburg, the Russian Federation

#### Vera A. Donbaeva

Leading Expert, Kazakhstan Institute of Metrology Almaty, Kazakhstan

#### Viacheslav V. Kazantsev

Ph.D. (Chem.), Science Deputy Director, «UNIIM», corresponding member of the Russian Academy of Metrology Ekaterinburg, the Russian Federation

Dmitriy Kh. Kulev

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

#### Ilya Kuselman

D.Sc. (Eng.),

Independent Consultant on Metrology

Tel Aviv, Israel

#### Elena V. Osintseva

Ph.D. (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

#### Vera I. Paneva

Ph.D. (Eng.), corresponding member of the Russian Academy of Metrology

Ekaterinburg, the Russian Federation

#### Valeriy V. Stepanovskikh

Ph.D. (Eng.), Director, Institute for Reference Materials Ekaterinburg, the Russian Federation

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ	ORIGINAL PAPERS
Национальный рынок стандартных образцов. Состояние, проблемы и перспективы развития Часть 1. Введение. Формирование национального рынка стандартных образцов	National market of reference materials.  Current state, problems and development prospects  Part 1. Introduction. Development of the national market of reference materials
■ ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ Влияние магнитной вязкости на результаты измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов	<ul> <li>THE USE OF REFERENCE MATERIALS</li> <li>Effect of magnetic viscosity on magnetic property</li> <li>measurements of hard magnetic materials</li></ul>
Применение стандартных образцов доменных, сталеплавильных, конвертерных шлаков и сварочных плавленых флюсов при разработке методики анализа шлакообразующих смесей методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой	Using reference materials of blast furnace slag, steelmaking slag, converter slag and fused fluxes when developing a procedure for analysis of slag-forming mixtures using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry
■ МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ. EURACHEM В РОССИИ Проверка квалификации и другие виды межлабораторных сличений. Информационная брошюра EURACHEM	<ul> <li>GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS.         INTERNATIONAL STANDARDS         EURACHEM IN RUSSIA</li> <li>Proficiency Testing Schemes and other interlaboratory         comparisons. EURACHEM leaflet</li></ul>
ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ	INFO. NEWS. EVENTS
■ ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ  III международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»	<ul> <li>OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS</li> <li>Illrd International Scientific Conference «Reference</li> <li>Materials in Measurement and Technology»</li></ul>
Международный семинар «Качество результатов испытаний для оценки соответствия химического состава нормам - что такое хорошо и что такое плохо?»49 Кусельман И. И.	International workshop "Quality of test results for conformity assessment of a chemical composition – what is good and what is bad?"49 Kuselman I. I.
BERM 15. Международный симпозиум по биологическим и экологическим стандартным образцам50	BERM 15. International Symposium on Biological and Environmental Reference Materials50
■ БИБЛИОТЕКА  Обзор публикаций по стандартным образцам	<ul> <li>LIBRARY</li> <li>Overview of publications on reference materials</li></ul>
■ ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ Сведения о новых типах стандартных образцов	<ul> <li>ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER         OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS</li> <li>Data on new reference materials approved in 2017</li></ul>
Агишева С. А.  Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен75  Агишева С. А.	Agisheva S. A.  Data on type approved reference materials the validity period of which has been extended

### **ΟΡΛΓΛΗΑΛЬΗΕ CTATEM** / ORIGINAL PAPERS

DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-9-19

# НАЦИОНАЛЬНЫЙ РЫНОК СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ. СОСТОЯНИЕ, ПРОБЛЕМЫ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ Часть 1. Введение.

Формирование национального рынка стандартных образцов

© Ю. С. Бессонов, О. Н. Кремлева

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

Поступила в редакцию 10 сентября 2017 г., после доработки – 01 октября 2017 г. Принята к публикации – 03 декабря 2017 г.

Настоящая публикация открывает цикл статей специалистов Научного методического центра Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, посвященный проблемным вопросам формирования и развития национального рынка стандартных образцов с позиций требований, предъявляемых действующим законодательством Российской Федерации в области обеспечения единства измерений, технического регулирования и аккредитации в национальной системе аккредитации.

Публикации предназначены для ознакомления читателя со сложившейся практикой разработки и применения стандартных образцов различных категорий, процедурами государственного регулирования при изготовлении и применении стандартных образцов с учетом современных требований в области метрологического обеспечения и единства измерений в России и за рубежом, с необходимостью и проблематикой гармонизации в области стандартных образцов и некоторыми другими аспектами этой деятельности.

В настоящей статье рассмотрены основные аспекты состояния рынка стандартных образцов Российской Федерации, представлены предложения по его формированию с учетом современных требований. Показана роль государственного регулирования при создании национального рынка стандартных образцов в Российской Федерации. Обозначены возможные направления производства стандартных образцов, отвечающих современным метрологическим требованиям, предъявляемым к измерениям в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений.

**Ключевые слова:** стандартный образец, испытания стандартного образца, утверждения типа стандартного образца, применение стандартных образцов, сертифицированный стандартный образец зарубежного производства, межлабораторные сличительные испытания, средство измерений, обеспечение единства измерений

#### Ссылка при цитировании:

Бессонов Ю. С., Кремлева О. Н. Национальный рынок стандартных образцов. Состояние, проблемы и перспективы развития. Ч. 1. Введение. Формирование национального рынка стандартных образцов // Стандартные образцы. 2017. № 3-4. С. 9-19 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-9-19.

#### For citation:

Bessonov Yu.S., Kremleva O.N. National market of reference materials. Current state, problems and development prospects. Part 1. Introduction. Development of the national market of reference materials. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2017, No. 3–4 pp. 9–19 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-9-19 (In Russ.).

#### DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-9-19

# NATIONAL MARKET OF REFERENCE MATERIALS. CURREENT STATE, PROBLEMS, AND DEVELOPMENT PROSPECTS Part 1. Introduction. Development of the national market of reference materials

<sup>©</sup> Yuriy S. Bessonov, Olga N. Kremleva

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

Received – September 10, 2017; Revised – October 1, 2017 Accepted for publication – December 3, 2017.

The present publication begins a cycle of papers of specialists from the Scientific Methodical Centre at the State Service of Reference Materials for Composition and Properties of Substances and Materials. These papers will be devoted to the problematic issues of forming and developing the national market of reference materials in terms of requirements imposed by the current legislation of the Russian Federation concerning of measurement uniformity assurance, technical regulation and accreditation in the national accreditation system.

Publications are aimed at giving the reader an insight into the common practice of development and use of reference materials of various categories, state regulation procedures when producing and using reference materials taking into account modern requirements in the field of metrological assurance and measurement uniformity in Russia and abroad, together with necessity and importance of harmonization in the field of reference materials, as well as some other aspects of this activity.

This paper discusses main aspects concerning the state of the reference materials market in the Russian Federation and suggestions on its development taking into account modern requirements. The role of state regulation when creating the national market of reference materials in the Russian Federation is shown. The paper specifies possible directions for reference materials production, meeting modern metrological requirements imposed on measurements in the sphere of the state regulation of measurement uniformity assurance.

**Keywords:** reference material, reference material tests, reference material type approval, the use of reference materials, certified reference material of foreign production, interlaboratory comparisons, measurement instrument, measurement uniformity assurance

#### Используемые сокращения:

СО – стандартный образец

CRM – сертифицированный стандартный образец зарубежного производства

ГССО – Государственная служба стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов

НМЦ – Научно-методический центр

ОЕИ - обеспечение единства измерений

ГРОЕИ – государственное регулирование ОЕИ

ИЛ – испытательная лаборатория

ИЗЛ – измерительная, калибровочная или поверочная лаборатория КДЛ – лаборатория, осуществляющая клинико-диагностиче-

кдрт – лаооратория, осуществляющая клинико-диагностические исследования

ФСА – Федеральная служба по аккредитации

#### Abbreviations used in the article:

RM - reference material

CRM – certified reference material of foreign production

SSRM – the State Service of Reference Materials for Composition

and Properties of Substances and Materials

SMC - Scientific Methodical Centre

MUA - measurement uniformity assurance

SRMUA - state regulation of MUA

TL – testing laboratory

ML - measuring, calibration laboratory or verification office

CDL - clinical diagnostic laboratory

FSA – Federal Service for Accreditation

ФОИВ – федеральный орган исполнительной власти СИ – средство измерений

МСИ – межлабораторные сличительные испытания

ТР TC – Технический регламент Таможенного Союза

ГРЦСМ – Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний

ГНМИ – Государственный национальный метрологический институт

FEB – federal executive body
MI – measurement instrument
ICT – interlaboratory comparison tests
TRCU – Technical Regulations of the Customs Union
SRCSM – State Regional Centre for Standardization, Metrology

SNMI – State National Metrology Institute

and Testing

#### Введение

Вопросы создания, испытаний, утверждения, применения СО в Российской Федерации всегда имели высокую степень актуальности, а в настоящее время интерес к проблемам в данной области СО еще более возрос. Это связано прежде всего с современными тенденциями в сфере метрологического обеспечения измерений, вытекающими из Соглашения СІРМ МКА [1], положениями новых редакций международных стандартов ISO/IEC 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» [2] и ISO 17034 «Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов» [3], законодательства Российской Федерации об обеспечении единства измерений и аккредитации в национальной системе аккредитации.

В утвержденной распоряжением Правительства Российской Федерации от 19 апреля 2017 г. № 737-р Стратегии обеспечения единства измерений Российской Федерации до 2025 г. (далее – Стратегия) [4] также уделяется особое внимание вопросам развития деятельности в области СО, значительная роль отводится проблемам создания необходимой номенклатуры СО. Стратегией определена первостепенная роль исполнительной власти в планировании необходимой номенклатуры СО. Согласно [4] одной из основных стратегических задач развития ГССО является «создание и реализация системы планирования создания необходимой номенклатуры стандартных образцов в отраслях и сферах деятельности при участии федеральных органов исполнительной власти, назначенных организаций в структуру Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов, изготовителей и потребителей стандартных образцов на основании результатов мониторинга потребности в стандартных образцах». Не менее важной задачей в Стратегии обозначена необходимость «совершенствования и гармонизации с международными требованиями в области стандартных образцов отечественной нормативной правовой базы, способствующей созданию и применению стандартных образцов. соответствующих современным требованиям» [4].

#### Требования нормативной правовой базы Российской Федерации к формированию рынка СО

В современном мире СО по своему назначению являются неотъемлемым элементом метрологического обеспечения измерений, выполняемых как в области оценки соответствия, так и в области ОЕИ. В этом плане мониторинг состояния национального рынка СО, являясь необходимым элементом его развития, составляет одно из направлений деятельности научно-методического центра Государственной службы стандартных образцов, функцию которого выполняет ФГУП «УНИИМ».

Для формирования прозрачного и эффективного рынка СО необходимо четкое понимание и обсуждение сути вопросов, стоящих в настоящее время перед рынком СО, потребителями его услуг, производителями СО и регуляторами.

Развитие рынка производства СО, как и любой продукции, прежде всего определяется спросом на нее, который зависит в первую очередь от наличия необходимости их применения, качества и цены, только затем - от возможностей и желаниий производителей, а не наоборот. Основными потребителями национального рынка СО являются ИЛ, проводящие измерения в области оценки соответствия (5312 ИЛ согласно Реестру Федеральной службы по аккредитации – Реестру ФСА1) показателей качества и безопасности объектов технического регулирования, окружающей среды, объектов, связанных с обеспечением безопасных условий труда, защитой жизни и здоровья человека, растений, животных и ряда других объектов, а также лаборатории, проводящие измерения в области ОЕИ (согласно Реестру ФСА, это более 1200 измерительных, калибровочных и поверочных лабораторий, а также лаборатории, осуществляющие клинико-диагностические исследования. При этом необходимая номенклатура и метрологические требования, предъявляемые к качеству СО, применяемых в вышеуказанных лабораториях, определяются требованиями, предъявляемыми к ним действу-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Реестр аккредитованных лиц / Федеральная служба по аккредитации [Электронный ресурс]. URL: http:// fsa.gov.ru/index/staticview/id/413.

ющим законодательством и регулирующими органами. В Российской Федерации эти требования к СО формируются на основе положений действующих федеральных законов в области ОЕИ, технического регулирования (ТР) и аккредитации в национальной системе аккредитации [5; 6; 7], а также нормативных правовых актов Минпромторга, Минэкономразвития и других ФОИВ, предъявляющих обязательные требования к измерениям, относящимся к их компетентности.

Действующее законодательство в области ОЕИ относит вышеуказанные измерения к сфере государственного регулирования, в которой, согласно [5], могут применяться только СО утвержденных типов. Сфера ГРОЕИ распространяется также на единицы величин, эталоны единиц величин, СО и средства измерений (СИ), к которым установлены обязательные метрологические требования, что обуславливает необходимость применения в лабораториях, проводящих метрологические работы (поверка, испытания СИ и СО в целях утверждения типа, аттестация методик измерений), исключительно СО утвержденных типов (категории ГСО). Измерения вне сферы ГРОЕИ могут проводиться с применением любых СО, в том числе зарубежного производства.

Вторым аспектом, определяющим современные требования к СО, применяемым в ИЛ и ИЗЛ, позиционирующих себя в качестве соответствующих требований технической компетентности, установленным в международном стандарте ISO/IEC 17025 [2], является обязанность лаборатории устанавливать и поддерживать метрологическую прослеживаемость получаемых результатов к единицам Международной системы единиц (СИ). Метрологическая прослеживаемость, согласно [5], документально подтверждается связью «с государственным первичным эталоном или национальным первичным эталоном иностранного государства соответствующей единицы величины посредством сличения эталонов, поверки, калибровки средств измерений». При этом в качестве основного инструмента обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений, как правило, используются СО с установленной метрологической прослеживаемостью (сертифицированные СО зарубежного производства и СО утвержденных типов – категории ГСО или МСО). Обеспечение метрологической прослеживаемости результатов измерений является одним из основных трендов в современной метрологии как фактор гарантии взаимного доверия и международного признания результатов измерений и определяет дополнительное требование к аккредитованной на соответствие ISO/IEC 17025 лаборатории в части

применения СО с установленной метрологической прослеживаемостью [2; 8; 9], информацию о которой должны обеспечить в сертификате производители СО, соответствующие требованиям ISO Guide 34 [10] (до 2016 г.) или ISO 17034 [3].

В мировой практике оценку соответствия ИЛ и ИЗЛ требованиям компетентности, в том числе в части обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений, предусмотренной в Политике международной организации по аккредитации ILAC [8]. обязаны отслеживать аккредитующие органы. В России сложилась достаточно нестандартная ситуация, когда реализацию этого принципа могут осуществлять два органа по аккредитации лабораторий, признанные ILAC – ФСА, в лице Росаккредитации и негосударственной организации «Ассоциация аналитических центров «Аналитика» (ААЦ «Аналитика»). Аккредитация лаборатории на соответствие требованиям ISO/IEC 17025 – дело добровольное, однако выбор подавляющего большинства ИЛ предопределен действующим национальным законодательством, согласно которому практически все результаты измерений в стратегически важных отраслях признаются в том случае, если они получены в лабораториях, аккредитованных в национальной системе аккредитации. В табл. 1 представлен перечень Федеральных законов, предусматривающих аккредитацию ИЛ и ИЗЛ в национальной системе аккредитации.

Именно эти обстоятельства обусловили наличие в стране более 6500 аккредитованных ФСА лабораторий (5312 ИЛ и 1263 ИЗЛ), что предполагает в качестве приоритетных рассматривать требования к СО, вытекающие из требований, предъявляемых к аккредитованным в национальной системе аккредитации лабораториям. Эти требования сформулированы в разработанной ФСА «Политике Росаккредитации по прослеживаемости результатов измерений» (далее – Политика) [9] и Критериях аккредитации [11].

Согласно утвержденной ФСА Политике, применяемые в аккредитованных лабораториях «СО должны по возможности быть прослеживаемы к единицам СИ или СО утвержденных типов, при этом метрологические характеристики СО утвержденных типов должны прослеживаться обязательно» [9]. Это однозначно определяет требования к рынку СО, применяемых в ИЛ, со стороны аккредитованных ФСА лабораторий, являющихся основными потребителями СО, — наличие у них при проведении измерений в сфере ГРОЕИ СО утвержденных типов с обеспеченной метрологической прослеживаемостью.

Таблица 1. Перечень федеральных законов, предусматривающих аккредитацию в национальной системе аккредитации

Table 1. The list of federal laws providing for accreditation in the national accreditation system

Наименование федерального закона	Раздел (статья)
№ 102-ФЗ от 26.06.2008 г. «Об обеспечении единства измерений»	ст. 5 п. 3 ст. 11 п.6 ст. 18 п.3 ст. 19
№ 52-ФЗ от 30.03.1999 г. «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения»	ч. 1 ст. 42 ч. 3 ст. 43
№ 7-ФЗ от 10.01.2002 г. «Об охране окружающей среды»	ч. 3 ст. 67
№ 89-ФЗ от 24.06.1998 г. «Об отходах производства и потребления»	ч. 2 ст. 26
№ 184-ФЗ от 27.12.2002 г. «О техническом регулировании»	ч.1 ст.24 ч. 4 ст. 26, ст. 31
№ 416-ФЗ от 07.12.2011 г. «О водоснабжении и водоотведении»	ч. 4 ст. 25 ч. 5 ст. 30
№ 171-ФЗ от 22.11.1995 г. «О государственном регулировании производства и оборота этилового спирта, алкогольной и спиртосодержащей продукции» № 171-ФЗ (в редакции от 21.07.2005), глава III	ч. 4 ст. 26
№ 126-ФЗ от 07.07.2003 г. «О связи»	ч. 5 ст. 41
№ 149-ФЗ от 17.12.1997 г. «О семеноводстве»	ст. 27
№426-ФЗ от 28.12.2013 г. «О специальной оценке условий труда»	ч. 7 ст. 12 ч. 1 ст. 19 ч. 2 ст. 19
№4979-1 ФЗ от 14.05.1993 г. «О ветеринарии»	ч.2 ст. 2, ст. 3

Следующее требование к номенклатуре рынка СО вытекает из Критериев аккредитации [11], согласно которым аккредитованные ИЛ обязаны принимать участие в МСИ с целью подтверждения своей технической компетентности и иметь план участия в МСИ по закрепленным в аттестате аккредитации объектам и методам измерений. Этим обстоятельством определено требование к еще одному сегменту рынка СО, где может применяться очень широкая номенклатура СО, в отношении которых не предъявляются обязательные требования по испытанию их типа и к их метрологической прослеживаемости, что обуславливает возможность наличия на рынке СО любых категорий (стандартные образцы отраслей – ОСО, предприятий – СОП, референтные материалы зарубежного производства - SRM и RM).

В области ОЕИ требования к СО предъявляются национальным законодательством [5] только в части их применения в сфере ГРОЕИ: «в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений применяются стандартные образцы утвержденных типов». Практическая реализация данного требования ограничивается реализацией процедур аттестации и применения методик измерений, поверки и калибровки эталонов и средств измерений.

Рассмотренные выше требования к особенностям применения СО в сфере ГРОЕИ и в аккредитованных в национальной системе аккредитации ИЛ и ИЗЛ, предъявляемые на законодательном уровне и при реализации процедур оценки и подтверждения соответствия лабораторий международным требованиям к их компетентности, по сути, являются одними из определяющих факторов как для формирования номенклатуры современного национального рынка СО, имеющих необходимый метрологический уровень, позволяющий обеспечивать метрологическую прослеживамость результатов измерений, так и для выбора приоритетных путей его развития.

#### Состояние современного рынка СО и принципы формирования его номенклатуры

Чтобы определить основные проблемные вопросы и обозначить перспективные направления дальнейшего развития национального рынка СО, необходимо проанализировать и оценить с позиций вышеуказанных требований соответствие его структуры и особенностей, которые сформировались к настоящему времени с учетом того, что обязательные требования по обеспечению метрологической про-

слеживаемости национальным законодательством в области ОЕИ предусматривались только по отношению к эталонам, средствам измерений и результатам измерений.

Номенклатура СО, выпускаемых в Российской Федерации по состоянию на 20.12.2017 включает **3774** действующих типов СО (без учета СО, действующих по сроку годности экземпляра), прошедших процедуру утверждения типа. Распределение СО по сегментам отраслей показано на рис. 1 (один тип СО может применяться в нескольких отраслях).

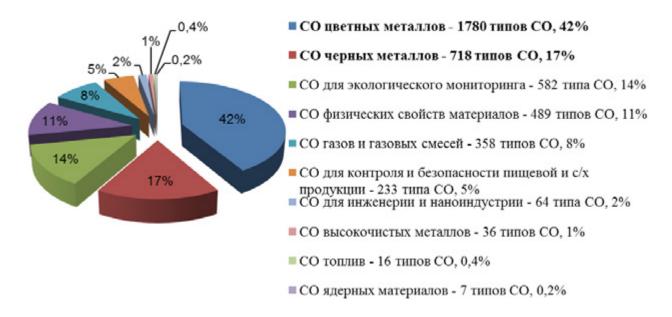


Рис. 1. Номенклатура СО, выпускаемых в России (по состоянию на 20.12.2017 г.)

Fig. 1. Nomenclature of RMs released in Russia (as of 20 December 2017)

Кроме этого, существует определенная номенклатура действующих СО утвержденных типов (1018 типов СО), каждый из которых проходил процедуру испытаний в целях утверждения типа, имеет действующий срок годности, установленный в паспорте СО, выданном на момент действия Свидетельства об утверждении типа, однако срок действия самого Свидетельства об утверждении типа в настоящее время истек. Применение указанных СО легитимно на весь срок годности СО. Таким образом, общая номенклатура национального рынка СО утвержденных типов по состоянию на 20.12.2017 г. составляет 4792 СО утвержденных типов.

В этой связи возникает законный вопрос – насколько достаточна номенклатура действующих СО и насколько она удовлетворяет потребности народного хозяйства и в том числе лабораторий, осуществляющих измерения в области оценки соответствия и ОЕИ.

Задача проведения мониторинга потребности рынка СО возложена на ГССО, однако, как справедливо отмечено в Стратегии [4], «в настоящее время отсутствует механизм и методология исследования и прогнозирования потребностей государства и общества в измерениях». Приведенные в Стратегии данные об отсутствии в Российской Федерации более 4500 типов СО, в том числе 2500 СО для метрологического обеспечения показателей продукции, предусмотренных ТР ТС, имеют скрининговый характер и основаны по большей части на данных анализа объектов и показателей, предусмотренных в действующих ТР ТС, отражают только предполагаемое наличие конкретных матричных СО для метрологического обеспечения измерений в системе технического регулирования, не учитывается при этом, целый ряд обстоятельств.

Во-первых, подавляющее большинство СИ, предусмотренных в методиках измерений, в том числе применяемых для целей подтверждения требований ТР ТС, являются СИ универсального назначения, не требуют создания специальных матричных СО и без проблем поверяются аккредитованными на поверку СИ организациями в соответствии с действующими методиками поверки, что существенно сокращает требуемую номенклатуру рынка СО.

Вторым обстоятельством, которое целесообразно принимать во внимание, является широкое применение для установления показателей точности методик измерений при их аттестации и контроле точности результатов измерений метода добавок чистых веществ в матрицу анализируемых проб и (или) метода разбавления, что также сокращает требуемую номенклатуру матричных СО, разработка которых является очень сложной, а часто — практически нереализуемой задачей, особенно в отношении матриц сложного состава (сточные воды, промышленные выбросы, биологические объекты). Однако такая постановка вопроса требует развития другого направления рынка СО — разработки и производства СО чистых веществ определенной номенклатуры.

Третьим обстоятельством, следующим из более детального анализа Перечней документов, регламентирующих методики (методы) измерений, применяемые для подтверждения требований ТР ТС (далее – Перечни), которое состоит принимать во внимание при формировании уточнения необходимой номенклатуры рынка СО, является практическое использование для целей подтверждения соответствия стандартизованных методик (методов) измерений, чья основная часть разработана в более ранний период. Данные методики (методы) измерений имеют очень низкий метрологический уровень и практически не предусматривают применение СО (установление градуировочной характеристики и контроль качества предусмотрен на основе применения химических веществ и реактивов, охарактеризованных по содержанию основного вещества). В то время как стандарты ISO на методы анализа, приведенные в Перечнях, в большинстве случаев вообще не имеют показателей точности и требуют разработки на их основе и последующей аттестации конкретных методик измерений с установленными показателями точности. Такое положение, связанное с несоответствием законодательно предъявляемых требований к измерениям в сфере технического регулирования, относящимся к сфере ГРОЕИ, и фактическое отсутствие возможности их выполнения при проведении измерений по большому количеству стандартизованных методик измерений является достаточно серьезной проблемой, требующей отдельного решения. Однако наличие в настоящее время в Перечнях достаточно большого количества стандартизованных методик (методов) измерений, не предусматривающих применение СО, также существенно сокращает требуемую номенклатуру СО утвержденных типов.

Четвертым обстоятельством, принимаемым во внимание при формировании номенклатуры современного рынка СО, является применение для целей оценки соответствия большого количества эмпирических методик измерений, для которых при современном уровне развития науки и техники не представляется возможным создание СО, позволяющих проводить оценку правильности выполняемых измерений. В связи с этим показатели точности эмпирических методик рассчитывают только на основе оценки случайной составляющей погрешности – показателя воспроизводимости, установленного по результатам межлабораторного эксперимента с использованием рабочих проб стабильного состава. Прослеживаемость результатов измерений, выполняемых по эмпирическим методикам измерений, может быть обеспечена только к некоторым значениям, принятым в качестве опорных (согласованных) значений, позволяющих оценивать исключительно сопоставимость результатов измерений во времени и пространстве и обеспечивать их единообразие, а не единство измерений (температура вспышки пламени, показатели взрывоопасности, воспламенения, экстрагируемости токсичных веществ из матриц веществ, материалов; биологические объекты ВОЗ). С учетом этого требуемая номенклатура матричных СО утвержденных типов с обеспеченной метрологической прослеживаемостью к единицам величин также подлежит сокращению.

Таким образом, номенклатура реально необходимых матричных СО утвержденных типов с обеспеченной метрологической прослеживаемостью нуждается в серьезной корректировке. В настоящее время область использования матричных СО ограничивается преимущественно аттестацией и применением методик измерений (установление градуировочной / калибровочной зависимости), контроля точности получаемых результатов измерений, за исключением случаев, рассмотренных выше, матричные СО используются в области ОЕИ для целей поверки и калибровки СИ (хотя калибровка СИ не относится к сфере ГРОЕИ).

Научным методическим центром ГССО в 2016 г. было проведено анкетирование Государственных региональных центров стандартизации, метрологии и испытаний (ГРЦСМ), выполняющих измерения в области ОЕИ, по

вопросу прогнозирования потребностей в СО ГРЦСМ. В анкете среди прочих была представлена возможность ответить на два вопроса:

- 1. «Есть ли из включенных в методики поверки средств измерений СО утвержденных типов, свидетельства об утверждении типа которых закончены?»;
- 2. «Нуждаетесь ли вы в новых СО утвержденного типа?».

На каждый из вопросов предлагалось два варианта ответов «Да» и «Нет», предоставлялась также возможность оставить комментарии при необходимости.

По результатам анкетирования были получены ответы от 48 из 86 ГРЦСМ, в которые были направлены анкеты (56 % от общего количества ГРЦСМ). Итоги анкетирования следующие.

На вопрос «Есть ли из включенных в методики поверки средств измерений СО утвержденных типов, свидетельства об утверждении типа которых закончены?» НЕТ ответили 79 % от общего количества опрошенных.

На вопрос «Нуждаетесь ли вы в новых СО утвержденного типа?» НЕТ ответили 56 % от общего количества опрошенных. Соответственно, 44 % респондентов ответили положительно, при этом более половины из них указали в качестве недостающих не более 1–3 типов потенциально необходимых СО.

Результаты проведенного опроса, а также факт наличия и функционирования в настоящее время в Российской Федерации более 6500 лабораторий, аккредитованных в национальной системе аккредитации, то есть подтвердивших свое соответствие требованиям международного стандарта ISO/IEC 17025, свидетельствуют о том, что несмотря на наличие определенных проблем, кризисной ситуации в части метрологического обеспечения измерений, следовательно, и обеспечения выполняемых в стране измерений СО не существует.

В настоящее время к числу наиболее существенных следует отнести проблему, связанную с обеспечением метрологической прослеживаемости СО, предназначенных для применения в сфере ГРОЕИ и установления достоверности наличия метрологической прослеживаемости СО, выпущенных и применяемых в сфере ГРОЕИ.

Что касается наполнения национального рынка СО актуальной номенклатурой необходимых СО, отвечающих современным метрологическим требованиям и требованиям действующего в стране законодательства, необходимо проведение более углубленного анализа требуемой номенклатуры СО с учетом вышеизложенных позиций, а также организация постоянного

мониторинга состояния рынка СО на основе научно обоснованной методологии его проведения и прежде всего с учетом запросов и требований основных потребителей СО.

С целью организации планомерного развития национального рынка СО и разрешения существующих проблемных вопросов в области СО Планом мероприятий по реализации Стратегии, разработанным и утвержденным Распоряжением Правительства Российской Федерации от 09.11.2017 № 2478-р [12], предусмотрено первоочередное «создание специализированного центра мониторинга состояния системы ОЕИ», а также разработка предложений по внесению изменений в Государственную программу «Развитие промышленности и повышение ее конкурентоспособности», в том числе в части «создания СО для метрологического обеспечения измерений показателей продукции, установленных техническими регламентами Евразийского экономического союза» [13].

### Возможности развития национального рынка СО

Относительно вопросов, связанных с возможностью производства национальных СО в части наличия в стране организаций-производителей СО картина выглядит следующим образом. В настоящее время в структуру ГССО включены 62 организации, назначенные ФОИВ, 16 из которых являются подведомственными Росстандарту (ГНМИ и ГРЦСМ). Всего же ГССО представлена более чем 300 организациями-изготовителями СО.

Общее количество производимых на сегодняшний момент действующих СО утвержденных типов составляет 4779 типов (в том числе СО, действующие по сроку годности экземпляра), из которых изготовителями 480 типов СО являются ГНМИ и ГРЦСМ. На долю остальных изготовителей СО, входящих в структуру ГССО на добровольных началах, приходится 4299 СО утвержденного типа. При этом из общего количества организаций-изготовителей СО порядка 65 являются изготовителями очень небольшого количества утвержденных типов СО (1—3 типа СО), чаще всего предусматривающих их использование только для собственных нужд, без обеспечения наполнения национального рынка СО.

Кроме того, в стране разрабатываются и широко применяются десятки тысяч СО не утвержденного типа (категории ОСО, СОП), изготавливаемые десятками организаций для применения вне сферы ГРОЕИ, в частности, для целей производственного контроля технологических процессов, контроля качества выпускаемой продукции и контроля точности результатов измерений. Эта кате-

гория CO, а также CRM и RM зарубежного производства также широко может использоваться для организации и проведения МСИ с целью подтверждения квалификации более 5000 ИЛ.

В отношении этого сегмента рынка СО важным обстоятельством является потенциальная возможность использования образцов для МСИ категорий ОСО, СОП, СRМ и RМ в качестве основы для разработки СО утвержденных типов, поскольку по результатам участия в МСИ они могут быть полноценно метрологически охарактеризованы. Если ЖЕ их приписанные характеристики, используемые в качестве опорного значения, были или могут быть установлены с применением эталонов единиц величин, может быть обеспечена и их метрологическая прослеживаемость.

Таким образом, изложенное выше означает, что в стране имеется необходимый потенциал для реализации возможности производства национальных СО, соответствующих предъявляемым современным метрологическим требованиям. Вместе с тем существует проблема наличия целого ряда несоответствий на современном рынке СО, требующих проведения необходимых эффективных корректирующих действий. К числу наиболее существенных несоответствий можно отнести следующие.

- 1. Сегмент СО утвержденных типов, производимых ГНМИ и ГРЦСМ с обеспеченной метрологической прослеживаемостью к национальным первичным эталонам единиц, составляет всего 13 %, что требует серьезного внимания к развитию этого направления.
- 2. Аттестованные значения практически 60 % произведенных в стране СО утвержденных типов установлены на основании межлабораторного эксперимента, и в этом плане вопрос относительно надежности установленной метрологической прослеживаемости остается, как правило, открытым и требует в каждом отдельном случае рассмотрения способов ее подтверждения.

Последнее обстоятельство связано с тем, что применяемые при установлении метрологических характеристик СО в процессе проведения межлабораторного эксперимента эталоны и СИ, как правило, поверены и лишь иногда откалиброваны, что не позволяет проводить полноценную оценку неопределенности, для которой необходима калибровка всего парка применяемых СИ всех участников межлабораторного эксперимента. В этой связи с учетом того, что способ характеризации СО на основе межлабораторного эксперимента является наиболее доступным и распространенным, необходима разработка новых подходов к его реализации с привлечением эталонной базы страны, что позволит обеспечивать требования о метрологической прослеживаемости СО.

3. Для повышения метрологического уровня методик измерений, применяемых для подтверждения требований безопасности, установленных ТР ТС, необходима разработка определенной номенклатуры матричных СО (пищевые продукты, биологические объекты, объекты окружающей среды), которая должна быть уточнена с помощью научно-обоснованной методологической основы.

Решению проблемы наполнения национального рынка СО во многом может способствовать обязанность участия огромного количества аккредитованных ИЛ и ИЗЛ в МСИ, проводимых провайдерами, аккредитованными в национальной системе аккредитации, по результатам которых:

- применяемые образцы для МСИ (ОСО, СОП, CRM и RM) могут быть метрологически охарактеризованы, что в дальнейшем может являться основанием для реализации процедур их испытаний в целях утверждения типа с привлечением к этой деятельности эталонной базы ГНМИ и ГРЦМ, позволяющей обеспечить их надежную метрологическую прослеживаемость;
- может быть оценен метрологический уровень участвующих в МСИ методик (методов) измерений, на этой основе определены референтные и первичные референтные методики измерений, обладающие наивысшей точностью, что позволит с их помощью устанавливать метрологические характеристики других СО и обеспечивать контроль правильности результатов измерений, выполняемых по другим методикам измерений, в том числе эмпирическим.

#### Выводы

Приведенные выше результаты анализа ряда основных направлений существующего национального рынка СО свидетельствуют о том, что кризисной ситуации в его развитии в настоящее время не наблюдается. Однако существуют определенные проблемы, связанные с особенностями его номенклатуры и обеспечения метрологической прослеживаемости производимых СО, рассмотрение которых позволило обозначить возможные перспективные направления его развития, предусматривающие, в частности:

- проведение мониторинга рынка CO на основе научно обоснованной методологии с целью определения необходимой и актуальной номенклатуры CO;
- объединение усилий производителей СО с организациями, подведомственными Росстандарту, в части использования национальной эталонной базы страны для обеспечения метрологической прослеживаемости выпускаемых СО;



- привлечение первичных референтных и референтных методик измерений для установления метрологических характеристик СО с обеспеченной метрологической прослеживаемостью в случае отсутствия или невозможности создания соответствующих эталонов единиц величин.

Однако для практической реализации деятельности по созданию современного эффективного рынка СО необходимо понимание всеми участниками рынка и прежде всего производителями СО, что требования, предъявляемые к современному рынку СО существенно изменились и для его развития необходимо взаимопонимание и взаимное сотрудничество его участников с учетом более глубокого анализа потребностей в СО и на основе конструктивного применения положений действующих в Российской Федерации нормативных правовых актов, определяющих деятельность в области разработки и применения СО.

Настоящая статья НМЦ ГССО открывает цикл публикаций, посвященных проблематике СО. В последующих публикациях планируется рассмотрение других, не менее важных вопросов, в том числе:

- вопросы государственного регулирования деятельности в области СО и возможности ее совершенствования:

- совершенствование существующей нормативной правовой базы в части CO, ее гармонизация с международными требованиями, перспективы гармонизации;
- удовлетворенность экономики, государства и потребителей номенклатурой CO и возможности импортозамещения;
- анализ прогрессивного опыта деятельности некоторых государств в части разработки и производства СО;
- рынок СО, используемых вне сферы ГРОЕИ, состояние и перспективы развития.

#### Вклад соавторов

Вклад всех авторов в подготовку статьи является равнозначным.

#### Благодарности

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

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1. Взаимное признание национальных измерительных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, издаваемых национальными метрологическими институтами (Соглашение СІРМ МRA), подписано под эгидой Международного Комитета Мер и Весов (МКМВ) 14 октября 1999 года // РОССТАНДАРТ [Электронный ресурс]. URL: http://www.fundmetrology.ru/depository/4%20IntDog/CIPM\_MRA.pdf.
- 2. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories // ISO [Электронный ресурс]. URL: www. iso. org/iso/catalogue\_detail?csnumber=39883.
- 3. ISO 17034:2016 General requirements for the competence of reference material producers // ISO [Электронный ресурс]. URL: www. iso. org/iso/home/store/catalogue\_tc/catalogue\_detail. htm?csnumber=29357.
- 4. Стратегия обеспечения единства измерений в Российской Федерации на период до 2025 года. Расп. Прав. Рос. Федерации от 19 апреля 2017 г. № 737-р // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [Электронный ресурс]. URL: www.fundmetrology.ru/depository/01\_npa/rp\_737\_19042017.pdf.
- 5. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. URL: http://www.fundmetrology.ru/ depository/01\_npa/102-fz\_2015. pdf.

#### **REFERENCES**

- 1. Mutual recognition of national measurement standards calibration and measurement certificates issued by NMIs (CIPM MRA), signed under the guidance of the International Bureau of Weights and Measures (BIPM) on 14 October 1999. Available at: www.fundmetrology.ru/depository/4%20IntDog/CIPM\_MRA.pdf. (In Russ.)
- 2. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories Available at: www.iso.org/iso/catalogue\_detail?csnumber=39883
- 3. ISO 17034:2016 General requirements for the competence of reference material producers. Available at: www. iso. org/iso/home/store/catalogue\_tc/catalogue\_detail. htm?csnumber=29357.
- 4. Strategy for assurance of measurement uniformity in the Russian Federation until 2025 (Government Resolution No.737-r dated April 19, 2017) Available at: www.fundmetrology.ru/depository/01\_npa/rp\_737\_19042017.pdf. (In Russ.)
- 5. Federal law «On ensuring the uniformity of measurements» No FZ-102 of 26/06/2008. Available at: www. fundmetrology. ru/depository/01\_npa/102-fz\_2015. pdf. (In Russ.)

- 6. О техническом регулировании: федер. закон Рос. Федерации от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 15 дек. 2002 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 дек. 2002 г. // Рос. газета. 2002. 27 дек.
- 7. Об аккредитации в национальной системе аккредитации: федер. закон Рос. Федерации от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 23 дек. 2013 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 25 дек. 2013 г. // Рос. газета. 2013. 31 дек.
- 8. Р 50.1.108-2016 Политика ИЛАК по прослеживаемости результатов измерений. М.: Стандартинформ, 2016. 7 с.
- 9. Политика Росаккредитации по прослеживаемости результатов измерений: Утверждено Рук. Федеральной службы по аккредитации 17 окт. 2016 г. // Федеральная служба по аккредитации [Электронный ресурс]. URL: http://fsa.gov.ru/index/staticview/id/444/
- 10. ISO Guide 34:2009 General requirements for competence of reference material producers // ISO [Электронный ресурс]. URL: https://www.iso.org/standard/29357.html
- 11. Об утверждении критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации: приказ Минэкономразвития от 30 мая 2014 г. № 326: // Рос. газета. 2014. 27 авг.
- 12. План мероприятий по реализации Стратегии обеспечения единства измерений Российской Федерации до 2025 г.: утверждено Распоряжением Правительства Российской Федерации от 09 ноября 2017 г. № 2478-р // Правительство России [Электронный ресурс]. URL: https://government.consultant.ru/documents/3721150?items=1&page=2
- 13. Государственная программа Развитие промышленности и повышение ее конкурентоспособности: Постановление Правительства Российской Федерации от 15 апреля 2014 г.№ 328 //Правительство России [Электронный ресурс]. URL: http://static.government.ru/media/files/1gqVAlrW8Nw.pdf
- ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Бессонов Юрий Сергеевич** – заместитель директора по качеству Уральского научно-исследовательского института метрологии Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

e-mail: bessonovYS@uniim.ru

**Кремлева Ольга Николаевна** — и.о. заведующего отделом Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов Уральского научно-исследовательского института метрологии

Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

e-mail: kremleva77@yandex.ru

- 6. Federal law «On Technical Regulation» No FZ-184 of 27/12/2002. Available at: https://rg.ru/2002/12/27/tehreglament-dok.html. (In Russ.)
- 7. Federal law «On accreditation in national accreditation system» No.412-FZ of 28/12/2013. Moscow. Available at: https://rg.ru/2013/12/31/akkreditacia-dok.html. (In Russ.)
- I8. LAC P10:01/2013 ILAC policy on the traceability of measurement results. Available at: http://gac.gov.ge/files/ILAC\_P10 01 2013.pdf
- 9. RusAccreditation policy on traceability of measurement results. Available at: http://fsa.gov.ru/index/staticview/id/444. (In Russ.)
- 10. ISO Guide 34:2009 General requirements for competence of reference material producers. Available at: URL: https://www.iso.org/standard/29357.html
- 11. Order of The Ministry of Economic Development «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». Available at: https://rg.ru/2014/08/27/akkreditacia-dok.html. (In Russ.)
- 12. Action plan for implementing the Strategy for assurance of measurement uniformity in the Russian Federation until 2025. Available at: https://government.consultant.ru/documents/3721150?items=1&page=2. (In Russ.)
- 13. Decree of the Government of the Russian Federation No 328 of 15 April 2014 «State Program on Industrial Development and Improving Industrial Competitiveness». Available at: http://static.government.ru/media/files/1gqVAIrW8Nw.pdf. (In Russ.)

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Yuriy S. Bessonov** – Deputy Director for Quality, Ural Research Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg 620075 the Russian Federation

e-mail: bessonovYS@uniim.ru

**Olga N. Kremleva** – Acting Head of State Service of Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg 620075 the Russian Federation

e-mail: kremleva77@yandex.ru

# ■ ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ THE USE OF REFERENCE MATERIALS

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-21-27 УДК 537.624.7

# ВЛИЯНИЕ МАГНИТНОЙ ВЯЗКОСТИ НА РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

<sup>©</sup>А. В. Перепелкина<sup>а</sup>, Е. А. Волегова<sup>а, b</sup>, В. О. Васьковский<sup>а</sup>, А. С. Волегов<sup>а, b</sup>

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

<sup>b</sup> ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, Российская Федерация

E-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru, ORCID: 0000-0002-0902-0636

Поступила в редакцию 31 октября 2017 г., после доработки — 30 ноября 2017 г. Принята к публикации — 10 декабря 2017 г.

**Цель работы**. Установление влияния магнитной вязкости на результаты измерений основных гистерезисных характеристик магнитотвердых сплавов в разомкнутой магнитной цепи для оценки неопределенности измерений характеристик магнитотвердых материалов.

Материалы и методы. Исследования выполнены на образце быстрозакаленного нанокристаллического сплава марки MQP-B+. Исследованы гистерезисные свойства сплава в разомкнутой магнитной цепи: петля гистерезиса, временные зависимости намагниченности в размагничивающих полях различной напряженности, полевые зависимости коэффициента магнитной вязкости и необратимой магнитной восприимчивости.

**Результаты исследования.** Установлены зависимости результатов измерений гистерезисных свойств от условий проведения измерений. Показана необходимость учета магнитной вязкости при разработке стандартных образцов магнитотвердых материалов.

**Ключевые слова:** магнитотвердый материал, магнитное последействие, магнитная вязкость, коэрцитивная сила, стандартный образец, магнитная цепь, вибрационный магнитометр, необратимая магнитная восприимчивость

Ссылка при цитировании:

Влияние магнитной вязкости на результаты измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов /А. В. Перепелкина и др. // Стандартные образцы. 2017. № 3-4. С. 21–27 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-21-27.

For citation:

Perepelkina A. V., Volegova E. A., Vaskovskiy V. O., Volegov A. S. Effect of magnetic viscosity on magnetic property measurements of hard magnetic materials. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2017, No. 3–4 pp. 21–27 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-21-27 (In Russ.).

# EFFECT OF MAGNETIC VISCOSITY ON MAGNETIC PROPERTY MEASUREMENTS OF HARD MAGNETIC MATERIALS

Anastasia V. Perepelkina<sup>a</sup>, Ekaterina A. Volegova<sup>a, b</sup>, Vladimir O. Vaskovskiy<sup>a</sup>, Aleksey S. Volegov<sup>a, b</sup>

<sup>a</sup> Ural Federal University named after the first President of Russia B. N. Yeltsin, Ekaterinburg, the Russian Federation

<sup>b</sup> Ural Research Institute for Metrology, Ekaterinburg, the Russian Federation E-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru, ORCID: http://orcid.org/0000-0002-0902-0636

Received – October 31, 2017; Revised – November 30, 2017. Accepted for publication – December 10, 2017.

**Purpose.** This paper is devoted to investing of the effect of magnetic viscosity on the results of measurements of the main hysteresis characteristics of hard magnetic alloys in an open magnetic circuit of vibrating sample magnetometer.

**Materials and methods.** The studies were performed on a sample of a rapidly quenched nanocrystalline MQP-B+ brand alloy. Hysteresis properties of the alloy in an open magnetic circuit are studied: hysteresis loop, time dependences of magnetization in demagnetizing fields of different intensity, field dependences of the coefficient of magnetic viscosity and irreversible magnetic susceptibility.

**Results.** The dependences of the measurement results of the hysteresis properties on the measurement conditions are established. It is shown that magnetic viscosity must be taken into account when developing hard magnetic reference materials.

**Keywords:** hard magnetic material, magnetic aftereffect, magnetic viscosity, coercive force, reference material, magnetic circuit, vibrating sample magnetometer, irreversible magnetic susceptibility

#### Введение

Широкий спектр применений постоянных магнитов как в изделиях бытового, так и промышленного назначения требует высокой точности измерения их магнитных характеристик для обеспечения высокого качества выпускаемой продукции и в первую очередь вентильных электродвигателей. В подавляющем большинстве случаев практического использования постоянные магниты применяются в магнитных системах, создающих магнитные поля различных конфигураций. В таких системах на магниты действуют либо внешние размагничивающие поля, либо собственные поля рассеяния. При конечных температурах измерения магнитных свойств и эксплуатации постоянных магнитов в условиях воздействия внешних или собственных размагничивающих полей заметное влияние на результаты измерений и временные изменения магнитных характеристик оказывает магнитное последействие, заключающееся в изменении намагниченности с течением времени [1]. В термин

«магнитное последействие», или «магнитная вязкость», входят все явления, связанные с влиянием времени на процесс перемагничивания в ферромагнитных телах (за исключением влияния индуктивности образца, влияния вихревых токов, влияния необратимой релаксации химической или топологической микроструктуры и релаксационных явлений с характерными временами, не превышающими 10-5 с.).

Намагниченное состояние постоянного магнита является метастабильным, в результате чего наблюдается медленная релаксация намагниченности к термодинамически стабильному состоянию. Процесс размагничивания осуществляется за счет преодоления энергетических барьеров, разделяющих различные положения доменной границы, образования зародыша обратной магнитной фазы или максимального значения энергии магнитокристаллической анизотропии в зависимости от превалирующего механизма гистерезиса. В случае единичного энергетического барьера характеристиче-

ское время его преодоления, обусловленное тепловыми эффектами, описывается законом Аррениуса-Нееля [2]:

$$\tau = \frac{1}{f_0 e^{\frac{\Delta E}{kT}}},\tag{1}$$

где  $f_0$  — функция, зависящая от напряженности внешнего магнитного поля, поля анизотропии и ряда других параметров и имеющая размерность частоты. По величине  $f_0 \sim 10^9$  Гц;  $\Delta E$  — разность между величиной энергетического барьера и энергией состояния системы; k — постоянная Больцмана, T — температура.

Процесс релаксации в большинстве реальных магнетиков описывается следующим соотношением:

$$\sigma(t) = \sigma(0) - S \ln([t - t_0]/t),$$
 (2)

где  $\sigma$  (t) — удельная намагниченность в момент времени t,  $\sigma$  (0) — удельная намагниченность в момент времени t=0, S — коэффициент магнитной вязкости,  $t_0$  и t — константы, имеющие размерность времени и зависящие от образца и процедуры измерений.

Экспериментально установленная логарифмическая зависимость связана с широким распределением значений энергетических барьеров и времен релаксаций [3]. Коэффициент магнитной вязкости представляет существенный практический интерес не только при рассмотрении постоянных магнитов, но также для геологии, систем записи информации, магнитомягких материалов и др.

Цель настоящей работы заключается в исследовании влияния магнитного последействия на результаты измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов на примере нанокристаллического сплава системы Nd-Fe-B.

#### Материалы и методы

В данной работе исследован быстрозакаленный сплав системы Nd-Fe-B вблизи состава фазы Nd₂Fe₁₄В марки MQP-B+. Этот сплав представляет собой фрагменты металлической ленты толщиной 20—40 мкм. Образец сплава взвешивался на аналитических весах МЕ 235S (Sartorius, Германия), после чего помещался в специализированные медные капсулы, диаметром 5 мм, высотой 3 мм и фиксировался жидким парафином. Высота насыпки 0,5 мм. Значение магнитометрического размагничивающего фактора составило *N* ≈ 0,073.

Измерения производились в разомкнутой магнитной цепи на вибрационном магнитометре КВАНС-1. Каждое измерение временной зависимости намагниченности выполнялось после предварительного намагничивания

образца в магнитном поле напряженностью 2 МА / м. Постоянная времени синхронного детектора составляла 300 мс

#### Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлена предельная петля магнитного гистерезиса образца быстрозакаленного сплава марки MQP-B+. Стрелками выделен диапазон размагничивающих полей, в котором магнитная вязкость проявлялась наиболее сильно.

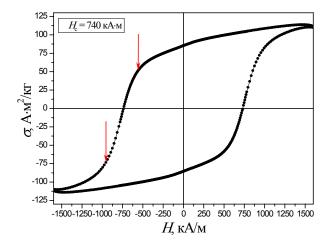


Рис. 1. Петля гистерезиса образца, изготовленного из изотропного быстрозакаленного сплава на основе соединения Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B марки MQB+

Fig. 1. Hysteresis loop for the sample made of isotropic, rapidly quenched material based on  $Nd_2Fe_{14}B$  compound MQB+ brand

Образец МQР-В+ представляет собой нанокристаллический сплав со средним размером кристаллитов основной магнитотвердой фазы 25 нм [4] и изотропным распределением их осей легкого намагничивания. Перемагничивание таких кристаллитов должно происходить в соответствии с моделью Стонера-Вольфарта, то есть путем однородного вращения намагниченности. В рамках этой модели участок петли с наибольшим значени-

ем производной dH должен наблюдаться в магнитных полях с напряженностью, превышающей значение коэрцитивной силы, но из рис. 1 видно, что этот участок начинается при  $H \approx 500 \text{ kA}$  / м. Такое несоответствие связано с межзеренным обменным взаимодействием между кристаллитами [5].

Характерное время релаксации в случае единичного энергетического барьера в соответствии с (1) тем меньше, чем меньше разность энергий между величиной энергетического барьера и энергией состояния системы.

В случае набора механизмов и времен релаксаций скорость изменения намагниченности со временем в общем случае будет тем больше, чем меньше среднее значение разности энергий между величиной энергетического барьера и энергией состояния системы (или при наибольшем значении необратимой магнитной восприимчивости).

На рис. 2 дана схематическая иллюстрация методики определения необратимой магнитной восприимчивости. Перед выполнением измерений образец предварительно намагничивался до состояния технического насыщения. После чего включалось размагничивающее поле напряженностью —  $H_1$  и проводилось измерение намагниченности в данном поле, поле выключалось. Затем выполнялось измерение намагниченности в нулевом поле H=0. Прикладывалось размагничивающее поле  $H_2$  превосходящее по напряженности —  $H_1$  ( $H_2 > H_1$ ) и т. д.

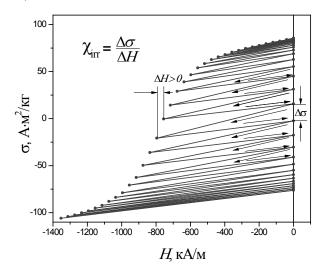


Рис. 2. Зависимость намагниченности от напряженности магнитного поля *H*, реализующаяся при измерениях значений необратимой магнитной восприимчивости

Fig. 2. Dependence of magnetization on magnetic field intensity (*H*), occurring when irreversible magnetic susceptibility is measured

На рис. З представлена зависимость необратимой магнитной восприимчивости  $\chi_{irr}$  от напряженности размагничивающего поля. Значение необратимой восприимчивости рассчитано как производная остаточной намагниченности по предварительно приложенному размагничивающему полю:

$$\chi_{irr} = \frac{\Delta \sigma(0)}{\Delta H} \,, \tag{3}$$

где  $\chi_{irr}$  – удельная необратимая магнитная восприимчивость, м<sup>3</sup>/кг,  $\Delta \sigma(0)$  – приращение удельной намагничен-

ности,  $Am^2/\kappa \Gamma$ ,  $\Delta H$  — приращение размагничивающего поля. A/m.

Зависимость характеризуется максимумом, положение которого совпадает со значением коэрцитивной силы  $H_{\cdot}$ .

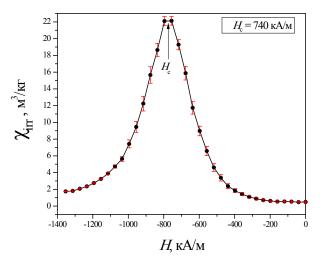


Рис. 3. Зависимость необратимой магнитной восприимчивости  $\chi_{irr}$  от напряженности магнитного поля H

Fig. 3. Dependence of irreversible magnetic susceptibility  $\chi_{irr}$  on magnetic field intensity H

В ходе исследований получены временные зависимости удельной намагниченности от напряженности магнитного поля, при значениях магнитных полей от 0 до – 1,5 МА / м. Некоторые из них в диапазоне размагничивающих полей, выделенном стрелками на рис. 1, представлены на рис. 4. Несмотря на количественные различия, ход у всех временных зависимостей одинаковый. Из полученных графиков для информативности составлена табл. 1, в которой представлены значения напряженности магнитного поля, удельной намагниченности через  $t_1$  = 4 с и  $t_2$  = 100 с, а также их абсолютная и относительная разности. Из табл. 1 видно, что скорость изменения намагниченности зависит от напряженности магнитного поля, в котором выполняются измерения, и от длительности нахождения образца в этом поле. Например, при фиксированном значении поля — 560 кА/м, за время t = 100 с намагниченность изменилась в два раза меньше, чем при значении поля -640 кА/м. Коэрцитивная сила исследуемого сплава составляет 740 кА/м.

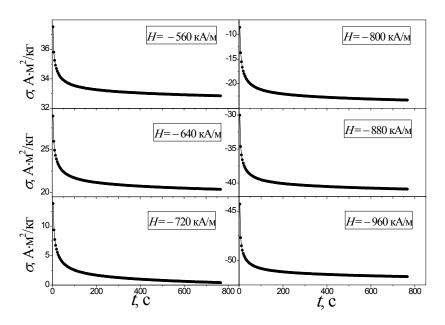


Рис. 4. Временные зависимости намагниченности образца быстрозакаленного сплава марки MQB+ для состояний, полученных размагничиванием в полях разной напряженности

Fig. 4. Time dependencies of magnetization intensity of sample of rapidly quenched MQB+ brand alloy for conditions, achieved by demagnetizing in fields of different intensity

Таблица 1. Значения намагниченности и их разности в начальный момент времени  $t_1=4$  с и конечный момент времени  $t_2=100$  с для различных величин размагничивающего поля Table 1. Values of magnetization intensity and their differences at the starting moment  $t_1=4$  s. and final moment  $t_2=100$  s. for different values of the demagnetizing field

Н, кА/м	σ <sub>1</sub> , Α· м <sup>2</sup> /кг	σ <sub>2</sub> , A·м <sup>2</sup> /кг	$\Delta \sigma =  \sigma_1 - \sigma_2 ,$ $A \cdot M^2/K\Gamma$	$\Delta \sigma = \frac{ \sigma_1 - \sigma_2  \cdot 100}{ \sigma_1 },$
-560	38	34	4	11
-640	29	22	7	25
-720	14	3	11	82
-800	-8	-21	13	60
-880	-30	-40	9	24
-960	-44	-51	7	13

На рис. 5 одна из зависимостей  $\sigma(t)$  представлена в логарифмической временной шкале. Видно, что в области t<30 с она близка к линейной, то есть соответствует механизму термического последействия. Однако при больших временах наблюдения имеет место существенное отклонение этой зависимости от логарифмического хода. Вероятно, это связано с особенностями процессов перемагничивания, которые требуют целенаправленного анализа.

Из результатов эксперимента определены значения коэффициента магнитной вязкости S при различных напряженностях размагничивающего поля. Полевая зависимость S(H) приведена на рисунке 6 и характеризуется максимумом, положение которого совпадает с величиной коэрцитивной силы  $H_c$ .

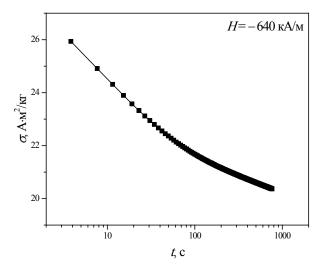


Рис. 5. Зависимость намагниченности образца от времени для размагничивающего поля напряженностью -640 кА/м

Fig. 5. Dependence of the sample magnetization intensity on time for the demagnetizing field with the intensity of -640 kA/m

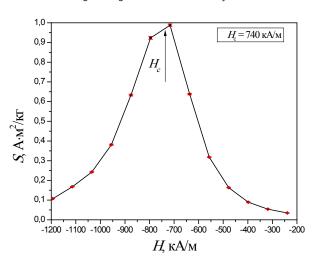


Рис. 6. Зависимость коэффициента магнитного последействия S от размагничивающего поля

Fig. 6. Dependence of magnetic viscosity coefficient  ${\cal S}$  on the demagnetizing field

Из временных зависимостей намагниченности для разных значений размагничивающего поля построены ниспадающие ветви петель гистерезиса (рис. 7), соответствующие разным временам выдержки образца в ходе измерения магнитных свойств. По этим данным значения коэрцитивной силы, определенные из петель

гистерезиса, измеренных с задержкой 4 с и 600 с, составляют 765 и 715 кА / м, следствием чего является относительная разность 6,5 %.

Известно, что измерения петли гистерезиса в разомкнутой магнитной цепи сопровождаются выдержкой образцов при каждом значении напряженности магнитного поля. Длительность выдержки определяется особенностями и настройками детектирующей системы измерительной установки и заданной точностью измерений. Представленные выше данные показывают: чем большее время выдержки, тем меньшим будет измеренное значение коэрцитивной силы и максимального энергетического произведения.

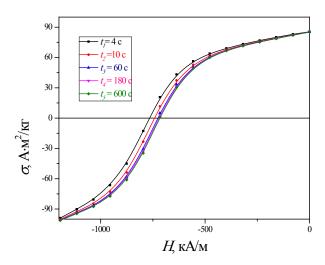


Рис. 7. Зависимости намагниченности от напряженности магнитного поля при разных временах выдержки
Fig. 7. Dependence of magnetization on magnetic field intensity at different delay times

#### Заключение

Магнитное последействие оказывает существенное влияние на результаты измерения параметров петли гистерезиса, поэтому должно быть учтено при разработке стандартных образцов магнитотвердых материалов. При изготовлении и аттестации стандартных образцов магнитотвердых материалов целесообразно определять временные параметры изменения намагниченности для различных вариантов и параметров магнитных цепей и приводить соответствующие результаты в свидетельстве об аттестации.

#### Вклад соавторов

Перепелкина А. В.: измерения, подготовка первоначального варианта текста статьи, компьютерная работа с текстом. Волегова Е. А.: сбор литературных данных, сбор литературных данных на иностранных языках и их анализ, компьютерная работа с текстом, критический анализ и доработка текста.

Васьковский В. О.: научное руководство, определение замысла и методологии статьи.

Волегов А. С.: концепция и инициация исследования; критический анализ и доработка текста, компьютерная работа с текстом, формализованный анализ данных.

#### Благодарности

Статья подготовлена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, тема № 3.6121.2017/6.8.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1. Müller K. H. Magnetic viscosity. Elsevier Science Ltd. Amsterdam. 2001, pp. 4997–5004.
- 2. Neel L. Some theoretical aspects of rock-magnetism // Advances in physics. 1955, pp. 191–243.
- 3. Ewing A. Experimental researches in magnetism // Philos. Trans. R. Soc. 1885, pp. 523–640.
- 4. Woodcock Magnetic viscosity of L10 structured Mn-Ga and Mn-Al alloys / A. S. Volegov et al // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017, pp. 750–756.
- 5. Bolyachkin A. S., Volegov A. S., Kudrevatykh N. V. Intergrain exchange interaction estimation from the remanence magnetization analysis // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2015, pp. 362–366.

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Анастасия Владимировна Перепелкина — магистрант Уральского федерального университета Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19 e-mail: Anastasia.Perepyolkina.urfu@mail.ru

Екатерина Александровна Волегова — младший научный сотрудник, Уральский научно-исследовательский институт метрологии, Уральский федеральный университет Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4; г. Екатеринбург, Мира, 19 e-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com ORCID: 0000-0002-3754-0743

Владимир Олегович Васьковский — д-р. физ.-мат. наук, профессор, заведующий кафедрой магнетизма и магнитных наноматериалов Уральского федерального университета Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19 e-mail: Vladimir.Vaskovskiy@urfu.ru

**Алексей Сергеевич Волегов** – канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов Уральского федерального университета; Уральский научно-исследовательский институт метрологии

Российская Федерация, 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19; г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4

e-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru ORCID: 0000-0002-0902-0636

#### REFERENCES

- 1. Müller K. H. Magnetic viscosity. Elsevier Science Ltd., Amsterdam, 2001, pp. 4997–5004.
- 2. Neel L. Some theoretical aspects of rock-magnetism. Advances in physics, 1955, pp. 191–243.
- 3. Ewing A. Experimental researches in magnetism. Philos. Trans. R. Soc. 1885, pp. 523–640.
- 4. Volegov A. S., Müller K. H., Bittner F., Mix T., Neznakhin D. S., Volegova E. A., Nenkov K., Schultz L., Woodcock T. G. Magnetic viscosity of L10 structured Mn-Ga and Mn-Al alloys. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2017, pp. 750–756.
- 5. Bolyachkin A. S., Volegov A. S., Kudrevatykh N. V. Intergrain exchange interaction estimation from the remanence magnetization analysis. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2015, pp. 362–366.

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Anastasia V. Perepelkina** – postgraduate student, Ural Federal University (UrFU)

19 Mira St., Ekaterinburg 620002 the Russian Federation e-mail: Anastasia.Perepyolkina.urfu@mail.ru

**Ekaterina A. Volegova** – Junior Researcher, Ural Research Institute for Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg 620075 the Russian Federation Ural Federal University (UrFU)

19 Mira St., Ekaterinburg 620002 the Russian Federation e-mail: Ekaterina.Volegova@gmail.com

ORCID: 0000-0002-3754-0743

 $\begin{tabular}{ll} \textbf{Vladimir 0. Vaskovskiy}-D. Sc. (Phys.-Math.), Professor, Head of the Department of Magnetism and Magnetic Nanomaterials, Ural Federal University \\ \end{tabular}$ 

19 Mira St., Ekaterinburg 620002 the Russian Federation e-mail: Vladimir.Vaskovskiy@urfu.ru

**Aleksey S. Volegov** – Ph.D (Phys.-Math.), Docent, Associate Professor, Ural Federal University (UrFU),

19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, the Russian Federation Ural Research Institute for Metrology (UNIIM),

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg 620075 the Russian e-mail: Alexey.Volegov@urfu.ru

ORCID: 0000-0002-0902-0636

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-29-40 УДК 543.054;543.423

# ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДОМЕННЫХ, СТАЛЕПЛАВИЛЬНЫХ, КОНВЕРТЕРНЫХ ШЛАКОВ И СВАРОЧНЫХ ПЛАВЛЕНЫХ ФЛЮСОВ ПРИ РАЗРАБОТКЕ МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ШЛАКООБРАЗУЮЩИХ СМЕСЕЙ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

<sup>©</sup>И. И. Черникова<sup>а, ь</sup>, Т. В. Кострикина<sup>а</sup>, К. В. Тюмнева<sup>а</sup>, Т. Н. Ермолаева<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Липецкий государственный технический университет, г. Липецк, Российская Федерация

<sup>b</sup> ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат», г. Липецк, Российская Федерация E-mail: nsonslso@yandex.ru

Поступила в редакцию 20 ноября 2017 г., после доработки – 27 ноября 2017 г. Принята к публикации – 11 декабря 2017 г.

Введение. Шлакообразующие смеси играют важную роль для получения «чистого» от неметаллических включений металла. Необходимые свойства шлакообразующих смесей (ШОС) напрямую зависят от химического состава, поэтому контроль содержания индивидуальных компонентов смесей является важным этапом в технологической цепи металлургического производства. В настоящее время для анализа шлакообразующей смеси практикуется метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП), требующий пробоподготовки путем сплавления с щелочными плавнями, что делает невозможным определение оксидов калия и натрия в пробе. Поэтому существует необходимость разработки методики одновременного определения оксидов кальция, кремния, магния, алюминия, калия и натрия методом АЭС ИСП, включающей количественное переведение всех компонентов в раствор. Для этих целей предложено использовать микроволновое разложение проб в автоклавах.

**Цель работы**. Разработка методики одновременного определения нормируемых компонентов ШОС методом АЭС ИСП после переведения пробы в раствор в автоклаве в условиях микроволнового нагрева, ее аттестация с применением стандартных образцов шлаков и флюсов.

Материалы и методы. Определение компонентного состава ШОС осуществлялось с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой «iCAP 6500 Duo»; разложение проб осуществлялось с помощью микроволновой системы «ETHOS PLUS». В качестве объектов исследования выбраны шлакообразующие смеси марок Melubir 9563 и Accutherm ST-SP/235AL4D; AlsifluxGS-C7; SRCP015, SRCP173P. Для градуировки спектрометра и контроля правильности определения нормируемых компонентов использованы СО шлаков доменных, сталеплавильных, конвертерных, а также флюсов сварочных плавленых, имеющих близкий химический состав.

#### Ссылка при цитировании:

Применение стандартных образцов доменных, сталеплавильных, конверторных шлаков и сварочных плавленых флюсов при разработке методики анализа шлакообразующих смесей методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой / И. И. Черникова и др. // Стандартные образцы. 2017. № 3–4. С. 29–40 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-29-40.

For citation:

Chernikova I. I., Kostrikina T. V., Tyumneva K. V., Ermolaeva T. N. Using reference materials of blast furnace slag, steelmaking slag, converter slag and fused fluxes when developing a procedure for analysis of slag-forming mixtures using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Standartnye obrazcy = Reference materials, 2017, No. 3–4 pp. 29–40 DOI 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-29-40 (In Russ.).

**Результаты исследования.** Разработана методика АЭС ИСП анализа, предназначенная для градуировки спектрометра и контроля правильности определения CaO, SiO $_2$ , MgO, Al $_2$ O $_3$ , K $_2$ O, Na $_2$ O стандартных образцов шлаков доменных, сталеплавильных, конвертерных и флюсов сварочных плавленых, которая позволяет быстро и надежно определить целевые компоненты ШОС.

**Ключевые слова**: шлакообразующие смеси, микроволновое разложение, атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой, индустриальные материалы, металлургическая промышленность, шлак доменный, шлак сталеплавильный, шлак конвертерный, флюс сварочный плавленый, методика анализа, проверка правильности определения компонентов

DOI: 10.20915/2077-1177-2017-13-3-4-29-40

# USING REFERENCE MATERIALS OF BLAST FURNACE SLAG, STEELMAKING SLAG, CONVERTER SLAG AND FUSED FLUXES WHEN DEVELOPING A PROCEDURE FOR ANALYSIS OF SLAG-FORMING MIXTURES USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY

© Inna I. Chernikova<sup>a, b</sup>, Tatyana V. Kostrikina a, Kristina V. Tyumneva a, Tatyana N. Ermolaeva a

<sup>a</sup> Lipetsk State Technical University, Lipetsk, the Russian Federation

<sup>b</sup> PAO «NLMK» Lipetsk, the Russian Federation e-mail: nsonslso@yandex.ru

Received – November 20, 2017; Revised – November 27, 2017 Accepted for publication – December 11, 2017

Introduction. Slag-forming mixtures play an important role in obtaining metal without non-metallic inclusions. Required properties of slag-forming mixtures (SFMs) directly depend on their chemical composition, that is why control of individual component content in a mixture is an important stage in the technological chain of metallurgical production. At the present time, it is a common practice to use inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES for analyzing SFMs, requiring sample preparation by alloying with alkali fluxes, which makes it impossible to determine potassium and sodium oxides in a sample. That is why it is necessary to work out a procedure for simultaneous determination of calcium, silicon, magnesium, aluminium, potassium, and sodium oxides by the method of ICP-AES, which would include quantitative transferring of all components into a solution. For that purpose, it is suggested to use microwave digestion of samples in autoclaves.

**The purpose** was to develop a procedure for simultaneous determination of specified components of SFMs using ICP-AES after transferring the sample into a solution in an autoclave under conditions of microwave heating, and to certify it reference materials of slag and fluxes.

Materials and methods. Compositional analysis of slag-forming mixtures was conducted using an atomic emission spectrometer with inductively coupled plasma «iCAP 6500 Duo»; sample digestion was conducted with the use of the microwave system «ETHOS PLUS». The following brands of SFMs were chosen as research objects: Melubir 9563 and Accutherm ST-SP/235AL4D; AlsifluxGS-C7; SRCP015, SRCP173P. For calibrating the spectrometer and controlling correctness of determining the specified components, the following reference materials were used: reference materials of blast furnace slag, steelmaking slag, converter slag, and fused fluxes, which have close chemical composition.

**Research results.** An ICP-AES analysis procedure has been developed for calibrating the spectrometer and controlling correctness of determining CaO, SiO<sub>2</sub>, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O in reference materials of blast furnace slag, steelmaking slag, converter slag and fused fluxes, which allows to establish target components of SFMs quickly and reliably.

**Keywords:** slag-forming mixtures, microwave digestion, inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, industrial materials, metallurgy, blast furnace slag, steelmaking slag, converter slag, fused flux, analysis procedure, control on the correctness of component determination

#### Используемые сокращения:

ШОС – шлакообразующие смеси АЭС ИСП – Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой СО – стандартные образцы

#### Введение

В настоящее время в металлургической промышленности при производстве высококачественных сталей применяются ШОС, играющие важную роль для получения «чистого» от неметаллических включений металла [1]. ШОС представляет собой многокомпонентную систему, которая выполняет ряд функций: защищает металл от вторичного окисления, обеспечивает теплоизоляцию зеркала металла, поглощает всплывающие из стали неметаллические включения, является смазкой между стенкой кристаллизатора и корочкой слитка, стабилизирует процесс теплоотдачи от затвердевающего слитка к стенкам кристаллизатора. Необходимые свойства ШОС напрямую зависят от химического состава, поэтому контроль содержания индивидуальных компонентов смесей является важным этапом в технологической цепи металлургического производства.

#### Обзор литературы

Основными компонентами, содержание которых регламентируется нормативными документами [2; 3 и др.], являются CaO, SiO<sub>2</sub>, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O. Обычно при анализе химического состава ШОС руководствуются ГОСТ 2642 [4-8] и ГОСТ 22974 [9-12], рекомендующими трудоемкие титриметрические, гравиметрические, фотометрические и атомно-абсорбционные методы анализа. Как правило, данные методы являются одноэлементными и требуют индивидуальной пробоподготовки для каждого определяемого компонента, что увеличивает продолжительность анализа. Поэтому в настоящее время в лабораториях металлургических предприятий при анализе ШОС практикуется метод АЭС ИСП. Методика АЭС ИСП [13] включена в «Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений» и рекомендована для определения CaO, SiO<sub>2</sub>, MgO и Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub> в ШОС. Подготовка проб в соответствии с данной методикой производится

#### Abbreviations used in the article:

SFMs – slag-forming mixtures ICP-AES – inductively coupled plasma atomic emission spectrometry RMs – reference materials

путем сплавления с щелочными плавнями, что делает невозможным определение оксидов калия и натрия в пробе. Наряду с указанной методикой [13] в технологический регламент металлургических предприятий включена методика, регламентирующая определение K<sub>2</sub>O и Na<sub>2</sub>O методом АЭС ИСП после выпаривания пробы с фтористоводородной кислотой в стеклоуглеродных чашках [14]. Процедура выпаривания может приводить к потерям кремния в виде летучего соединения, а также исключает возможность его определения в пробе наряду с оксидами щелочных металлов. Следовательно, в настоящее время отсутствует унифицированный подход к одновременному определению всех нормируемых компонентов ШОС. Поэтому существует необходимость разработки методики определения оксидов кальция, кремния, магния, алюминия, калия и натрия методом АЭС ИСП, включающей количественное переведение всех компонентов в раствор. Особенно перспективно использование для этой цели метода микроволновой пробоподготовки, положительно зарекомендовавшего себя при разложении различных промышленных материалов [15–18].

Обычно разработка методики анализа сопровождается проведением метрологической экспертизы, которая включает в себя проверку правильности определения компонентов в СО, аналогичных по составу анализируемому материалу. Однако СО ШОС отсутствуют, вот почему было важно подобрать близкие по химическому составу и свойствам образцы, которые могут быть использованы для данной цели.

Целью работы является разработка методики одновременного определения нормируемых компонентов ШОС методом АЭС ИСП после переведения пробы в раствор в автоклаве в условиях микроволнового нагрева, ее аттестация с применением стандартных образцов шлаков и флюсов.

#### Методы и материалы

В качестве объектов исследования выбраны шлакообразующие смеси марок Melubir 9563 и Accutherm ST-SP/235AL4D (IMERYS Metalcasting GermanyGmbH); AlsifluxGS-C7 (000 «ИнтокастРус);SRCP015, SRCP173P (SheffildHi-TechRefractories) (табл. 1).

Таблица 1. Диапазон нормируемых содержаний ШОС Таble 1. The range of specified SFM content

Manua IIIOC		Диапазон нормируемых содержаний, %					
Марки ШОС	Ca0	SiO <sub>2</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> 0	Na <sub>2</sub> O	
Melubir 9563	30,2-33,6	26,3-29,3	0,8-2,4	8,1-9,9	до 2,0	4,9-5,9	
AlsifluxGS-C7	27,5-30,5	29,5-32,5	2,8-4,8	4,5-6,5	8,0-10,0		
SRCP015	24,4-29,4	28,7-34,2	4,65-5,75	4,7-6,7	10,3-13,7		
SRCP173P	36,3-39,5	28,5-32,0	1,45-2,65	2,70-3,65	7,10-9,15		
AccuthermST-SP/235AL4D	18,9-21,9	35,5-38,5	до 1,8	3,3-4,3	до 0,9 9,8-11,8		

Вследствие отсутствия СО ШОС в работе использованы СО шлаков доменных, сталеплавильных, конвертерных и флюсов сварочных плавленых, которые имеют близкий к исследуемым образцам ШОС химический состав. Для градуировки спектрометра (табл. 2) применяли стандартные образцы утвержденных типов состава шлака доменного (Ш36) ГСО 1784-89П¹, шлака сталеплавильного (Ш4г) ГСО 1895-90П², флюса сварочного плавленого типа ОСЦ-45 (Ш66) ГСО 1481-93П³ производства ЗАО «ИСО»; импортные СО: SX32-23, SX32-19⁴ производства DILLINGER HUTTE Laboratory, BCS-CRM No.362⁵ Mine tailings sample производства Вигеаи of Analysed Samples Ltd. Для контроля правильности определения компонентов применяли СО утвержденных типов состава шлака доменного (Ш16) ГСО 1783-89П⁶, шлака конвер-

терного (Ш5в) ГСО 1776-87П, флюса сварочного плавленого типа АН-20С (Ш7в) ГСО 1769-88П $^7$  производства ЗАО «ИСО». Для контроля правильности также были использованы образцы, приготовленные путем введения добавки аттестованного раствора  $Na_2O$  (0,001г/мл) в СО SX32-19, поскольку значения  $Na_2O$  в производственных пробах ШОС значительно превышали аттестованные значения данного компонента в СО.

Анализ ШОС выполняли на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой «iCAP 6500 Duo» фирмы «ThermoFisherScientific» США (табл. 3). Для контроля параметров применяли персональный компьютер с операционной системой Windows 7 и программным обеспечением iTEVA. Разложение проб осуществляли с помощью микроволновой системы «Milestone High Performance Microwave Labstation ETHOS PLUS» (Италия) с 10 автоклавами высокого давления (HPR) — реакционными сосудами из тефлона с рабочим давлением 100 атм. Изменение температуры внутри автоклава контролировали с помощью оптоволоконного зонда ATC-400. Для надежной герметизации реакционных сосудов использовали динамометрический ключ.

 $<sup>^1</sup>$  ГСО 1784-89П Стандартный образец состава шлака доменного (Ш3) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology. ru/09\_st\_obr/view.aspx?regn= $\Gamma$ CO%201784-89П

 $<sup>^2</sup>$  ГСО 1895-90П Стандартный образец шлака сталеплавильного (Ш4) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology. ru/09 st obr/view.aspx?regn= $\Gamma$ CO%201895-90П

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> ГСО 1481-93П Стандартный образец флюса сварочного плавленого типа ОСЦ-45 (III6) // Росстандарт [сайт]. URL: www. fundmetrology.ru/09 st obr/view.aspx?regn=ГСО%201481-93П

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Certified reference material BF-slag (Code: SX32) // www.labor-soft.ro/Breitlander/Cataloage/CRM%20Dillinger.pdf

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> BCS-CRM No.362 Mine tailings sample // Bureau of Analysed Samples Ltd [cair]. URL: http://www.basrid.co.uk/index.php?option=com\_virtuemart&view=productdetails&virtuemart\_product\_id=246&virtuemart\_category\_id=224

 $<sup>^6</sup>$  ГСО 1783-89П Стандартный образец состава шлака доменного (Ш1) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology. ru/09\_st\_obr/view.aspx?regn= $\Gamma$ CO%201783-89П

 $<sup>^7</sup>$  ГСО 1769-88П Стандартный образец флюса сварочного плавленого типа AH-20C (III7) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fundmetrology.ru/09\_st\_obr/view.aspx?regn= $\Gamma$ CO%201769-

Таблица 2. Характеристики CO, использованных для построения градуировочных зависимостей Таь I е 2. Characteristics of RMs used for plotting calibration curves

00		Аттестованные содержания компонентов, % масс.					
CO	CaO	SiO <sub>2</sub>	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> 0	Na <sub>2</sub> O	
Ш36	31,7	30,1	12,1	14,5	-	-	
Ш4г	25,5	16,7	18,3	3,62	-	-	
Ш66	12,72	39,2	1,60	-	-	-	
SX32-23	38,09	38,07	9,53	9,39	1,62	0,39	
SX32-19	39,54	39,26	7,47	10,0	0,744	0,299	
SX32-19*	-	-	-	-	-	12,299	
BCS-CRM No.362	44,21	-	0,068	0,667	0,14	0,084	

Примечание: \* — образец приготовлен путем введения добавки аттестованного раствора  $Na_2O$  (0,001 г/мл) в CO SX32-19

Таблица 3. Операционные параметры измерений Таь I е 3. Operational parameters of measurements

Параметры ИСП	Мощность высокочастотного генератора	1150 Вт
	Вспомогательный поток аргона	0,5 л/мин
	Распылительный поток аргона	0,6 л/мин
	Охлаждающий поток аргона	14 л/мин
	Наблюдение плазмы	Радиальное/аксиальное
Параметры ввода образцов	Скорость перистальтического насоса	60 оборотов/мин
	Время промывки	40 c
	Время успокоения перистальтического насоса	5 c
	Регистрация сигнала	30 c

#### Результаты

При микроволновом разложении важен состав реакционной смеси, а также выбор оптимальных температурно-временных параметров нагрева, исключающих увеличение давления в автоклаве свыше регламентированного, что может быть причиной его разгерметизации. Высокая стойкость к кислотному разложению ШОС обусловлена наличием в образцах простых (CaO, SiO $_2$ , MgO, A $_2$ O $_3$ ) и сложных (CaO·MgO·SiO $_2$ , 2CaO·SiO $_2$ , MgO·Al $_2$ O $_3$ , MgO·Al $_2$ O $_4$  и др.) оксидов элементов, карбидов, нитридов и силикатов. Поэтому для растворения предложено применять концентрированные соляную, азотную и плавиковую кислоты. Известно, что использование плавиковой кислоты при растворении об-

разцов с высоким содержанием оксида кремния [19] может приводить к резкому возрастанию давления внутри автоклава вследствие образования летучего фторида кремния. Поэтому во избежание неконтролируемого вскрытия автоклава для снижения избыточного давления было предложено вводить в реакционный сосуд в сухом виде борную кислоту, которая, кроме того, снижает вероятность образования нерастворимых фторидных комплексов элементов (Ca[SiF $_{\rm e}$ ], MgF $_{\rm e}$  и [AIF $_{\rm e}$ ] $^{3-}$ ). Варьируя качественный и количественный состав кислотной смеси (исследованные варианты приведены в табл. 4), температуру и продолжительность растворения, выбирали наиболее эффективные условия микроволнового разложения проб ШОС.

Таблица 4. Выбор реакционной смеси для разложения ШОС Таble 4. The choice of a reaction mixture for digesting SFMs

No omogu	Cooton vuototuoji ovocu	Температура, °С			
№ смеси	Состав кислотной смеси	100	150	200	
1	1г Н <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> + 2мл HCl + 2мл HF +1мл HNO <sub>3</sub>	-	-	-	
2	2г Н <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> + 3,5мл HCl + 3,5мл HF+1мл HNO <sub>3</sub>	-	±	±	
3	3г Н <sub>3</sub> ВО <sub>3</sub> + 5мл HCl + 5мл HF+1мл HNО <sub>3</sub>	-	±	±	
4	1г Н <sub>3</sub> ВО <sub>3</sub> + 5мл HCl + 5мл HF+2мл HNО <sub>3</sub>	-	±	!	
5	2г Н <sub>3</sub> ВО <sub>3</sub> + 3,5мл HCl + 3,5мл HF+2мл HNО <sub>3</sub>	-	±	+	

#### Условные обозначения:

- - присутствие нерастворимого осадка в растворе;
- ± мутный раствор;
- + визуально прозрачный раствор, осадок отсутствует;
- ! разгерметизация автоклава.

Эксперимент проводили с применением СО с минимальной массой представительной пробы (m<sub>н</sub>=0,1г), рекомендованной при одноступенчатом нагреве до 100°С, 150°С и 200°С и выдерживании при максимальной температуре в течение 30 мин [13, 14]. Путем визуального контроля полноты разложения и предварительного АЭС ИСП анализа установлено, что количественное переведение проб ШОС в раствор достигается при использовании реакционной смеси № 5: 2 г H<sub>2</sub>BO<sub>2</sub> + HCI:HF:HNO<sub>2</sub> (7:7:4).

При выборе температуры и времени микроволнового нагрева проб ШОС было установлено, что оптимально

использовать двухступенчатый процесс разложения. Относительно невысокая скорость нагрева (13°С/мин) и выдерживание при промежуточной температуре (100°С) в течение 2 мин исключает вскрытие автоклавов и потерю целевых компонентов образцов ШОС, а также позволяет снизить максимальную температуру до 165°С и время выдерживания при максимальной температуре до 20 мин (рис. 1). Таким образом, общее время разложения сокращается до 33 мин, что в 2 раза меньше по сравнению с продолжительностью разложения шлакообразующих смесей, описанного в [13, 14], составляющей 60 мин.

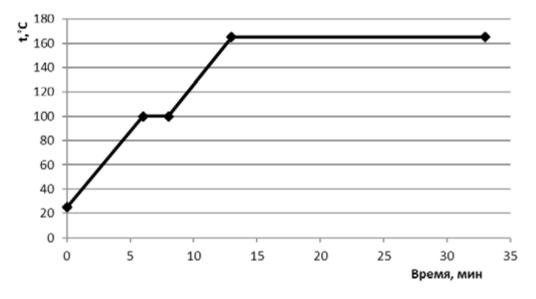


Рис.1. Условия микроволнового нагрева при разложении проб ШОС

Fig. 1. Conditions of microwave heating when digesting SFM samples

Перед проведением АЭС ИСП анализа ШОС осуществляли выбор длин волн аналитических линий, руководствуясь значениями интенсивностей и отсутствием значимых спектральных наложений. Было отмечено, что при микроволновом разложении образцов, в отличие от сплавления, наблюдается существенное уменьшение фонового сигнала. Кроме того, при построении градуировочных графиков (табл. 5) для определения СаО,  $SiO_2$ , MgO и  $AI_2O_3$  использовали суммарные значения интенсивностей нескольких аналитических линий, поскольку данный прием приводил к увеличению коэффициентов корреляции градуировочных зависимостей. Для улучшения воспроизводимости сигналов также была изучена возможность применения в качестве внутреннего стандарта иттрия

и кадмия. Выбор элемента сравнения делали в пользу наименьшего значения величин среднеквадратичного отклонения, полученных в результате анализа СО методом АЭС ИСП с учетом выбранных длин волн элементов. В итоге, предложено использовать кадмий, который позволяет снизить величину относительного стандартного отклонения результатов определений CaO,  $Al_2O_3$  и  $Na_2O$  на 30 %;  $SiO_2$  и MgO- на 20 %;  $K_2O-$  на 10 %. Таким образом, градуировочные графики представляли зависимость

$$I_{arr} = bC + a , \qquad (1)$$

где  $I_{oth}$  – относительная интенсивность аналитической линии; C – концентрация компонента, % масс.; b и a – коэффициенты градуировочной функции.

Таблица 5. Условия АЭС ИСП анализа проб ШОС Table 5. Conditions of ICP-AES analysis of MF samples

Компонент	Длины волн	Параметры градуировочной функции		Диапазон градуировки, % масс.	Коэффициент
	аналитических линий, нм	b	a	% Macc.	корреляции
CaO	315,887; 318,128	0,09	0,022	12,72- 44,21	0,999
SiO <sub>2</sub>	212,412; 251,611	0,007	0,008	16,7- 39,26	0,997
MgO	279,079; 285,213	2,0	0,21	0,068- 18,3	>0,999
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	309,271; 396,152	0,11	0,052	0,667- 14,5	0,997
K <sub>2</sub> 0	766,490	0,16	0,06	0,14- 1,62	0,999
Na <sub>2</sub> O	589,592	1,8	0,28	0,084 – 12,299	>0,999

Значения коэффициентов корреляции градуировочных функций (табл. 5) для определяемых компонентов свидетельствуют о линейном характере зависимости в представленном диапазоне концентраций.

Проверка правильности определения компонентов в ШОС была выполнена согласно Рекомендациям М 24 [20] на основе воспроизведения аттестованных характеристик в СО и СО с добавкой аттестованного раствора Na<sub>2</sub>O. Для проведения анализа навеску ШОС массой 0,1 г помещали в тефлоновый сосуд микроволновой системы. К навеске добавляли 2 г H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, перемешивали содержимое сосуда и последовательно приливали 3,5 мл HCI, 3,5 мл HF и 2 мл HNO<sub>3</sub>. Автоклавы герметизировали и осуществляли разложение в соответствии с разработанной программой (рис. 1). Параллельно через все стадии пробоподготовки проводили СО и холостую пробу. После завершения растворения растворы охлаждали и количественно переносили в мерные колбы на 100 мл, доводили до отметки дистиллированной водой и пере-

мешивали (раствор 1). Из раствора 1 отбирали аликвоту 10 мл в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляли 1 мл Cd(0,001г/мл) и аликвоту аттестованной смеси Na<sub>2</sub>O концентрацией 0,001г/см<sup>3</sup> (1,2 мл – SX32-19 и 0,3 мл – Ш7в), доводили до метки дистиллированной водой и перемешивали. Полученные растворы СО, холостой и производственных проб распыляли в ИСП спектрометра, измеряли относительные интенсивности элементов на выбранных длинах волн (табл. 4). Градуировочные графики для определения аналитов строили по аттестованным значениям компонентов в СО (табл. 2) в координатах относительная интенсивность - концентрация (% масс.). Для расчета показателя точности П, показателя повторяемости  $\Pi_r$ , показателя воспроизводимости  $\Pi_{Rn}$ (табл. 6) выполнено по 50 серий измерений (n=2) для CaO, SiO<sub>2</sub>, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O. Значения показателей точности измерений массовых долей компонентов приняты в соответствии с Рекомендациями М 20 [21].

Таблица 6. Результаты анализа СО ШОС Таble 6. Results of MF RMs analysis

Компонент	CO	Содержани	1е, % масс	Рассчитанные значения показателей, доли			
KOMIIOHEHI	CO	аттестованное	найденное	П <sub>т</sub>	П <sub>г</sub>	П <sub>Вл</sub>	
CaO	Ш7в	24,0	24,0±0,7	0,70	0,07	0,84	
	Ш1б	38,8	38,9 ± 0,7	0,62	0,06	0,82	
SiO <sub>2</sub>	Ш5в	16,0	16,0 ± 0,3	0,58	0,34	0,68	
	Ш1б	37,9	37,9 ± 0,5	0,66	0,15	0,80	
MgO	Ш5в	3,14	3,09 ± 0,18	0,72	0,21	0,54	
	Ш1б	9,35	9,32 ± 0,25	0,67	0,17	0,82	
	Ш7в	11,4	11,3 ± 0,4	0,72	0,14	0,84	
Al203	Ш5в	1,25	1,24 ± 0,12	0,40	0,30	0,43	
	Ш1б	8,48	8,47 ± 0,29	0,21	0,31	0,28	
K20	Ш7в	0,94	0,94 ± 0,08	0,45	0,33	0,55	
Na <sub>2</sub> O	Ш7в	1,41	1,41 ± 0,12	0,65	0,33	0,79	
	Ш7в*	4,41	4,40 ± 0,19	0,44	0,34	0,61	

Примечание: \* – образец приготовлен путем введения добавки аттестованного раствора  $Na_2O$  (0,001 г/мл) в стандартный образец Ш7в

Как следует из данных, приведенных в табл. 6, значения показателей точности не превышают допускаемых значений ( $\Pi_{\Gamma} \le 0.75$ ;  $\Pi_{\Gamma} \le 0.35$ ;  $\Pi_{Rn} \le 0.85$ ), следовательно, погрешность измерений соответствует регламентированным Рекомендациями М 20 [21] требованиям. Это позволяет рекомендовать данную методику к применению на металлургических предприятиях для анализа ШОС методом АЭС ИСП с микроволновой подготовкой проб.

Данная методика апробирована при анализе производственных образцов ШОС марок Melubir 9563, AccuthermST-SP/235 AL4D, AlsifluxGS-C7, SRCP015, SRCP173P (табл. 7). Результаты определения нормируемых компонентов по разработанной методике сопоставлены с данными, полученными по методикам, описанным в [13, 14].

Таблица 7. Результаты определения компонентов ШОС по стандартным и разработанной методикам (n=11,  $F_{\text{табл}}$ =2,98;  $t_{\text{табл}}$ =2,23)

Table 7. Results of determining MF components in line with standard and developed procedures (n=11,  $F_{tabl}$ =2,98;  $t_{tabl}$ =2,23)

Образец	Компонент	Стандартный метод		Разработанный метод		Г	+
		± , % macc.	S <sub>r</sub> , доли	± , % macc.	S <sub>r</sub> , доли	F <sub>эксп</sub>	<sup>L</sup> эксп
Melubir 9563	CaO	32,5 ± 0,7	0,03	32,7 ± 0,7	0,03	1,00	0,45
	SiO <sub>2</sub>	28,8 ± 0,5	0,03	28,4 ± 0,6	0,03	1,44	1,14
	MgO	1,84 ± 0,07	0,06	1,89 ± 0,08	0,06	1,31	1,05
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,27 ± 0,29	0,05	8,37 ± 0,3	0,05	1,07	0,53
	K <sub>2</sub> 0	0,41 ± 0,02	0,07	0,42 ± 0,02	0,07	1,00	0,79
	Na <sub>2</sub> O	5,6 ± 0,20	0,05	5,4 ± 0,20	0,06	1,00	1,58

Образец	Компонент	Стандартный метод		Разработанный метод		Г	_
		± , % macc.	S <sub>r</sub> , доли	± , % macc.	S <sub>r</sub> , доли	-	t <sub>эксп</sub>
AccuthermST-	CaO	21,1 ± 0,7	0,05	21,4 ± 0,6	0,04	1,36	0,73
	SiO <sub>2</sub>	36,7 ± 0,5	0,02	36,3 ± 0,6	0,03	1,44	1,14
	MgO	1,00 ± 0,04	0,06	1,02 ± 0,04	0,06	1,00	0,79
SP/235 AL4D	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,30 ± 0,19	0,07	4,39 ± 0,20	0,07	1,11	0,73
	K <sub>2</sub> 0	0,42 ± 0,01	0,04	0,43 ± 0,01	0,04	1,00	1,58
	Na <sub>2</sub> O	10,8 ± 0,4	0,06	11,0 ± 0,5	0,07	1,56	0,70
	CaO	28,2 ± 0,7	0,04	28,0 ± 0,6	0,03	1,36	0,48
	SiO <sub>2</sub>	31,5 ± 0,4	0,03	31,1 ± 0,6	0,03	2,25	1,24
AlsifluxGS-C7	MgO	3,64 ± 0,15	0,06	3,76 ± 0,17	0,07	1,28	1,18
Alsiliuxus-u7	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,68 ± 0,20	0,06	4,80 ± 0,20	0,06	1,00	0,95
	K <sub>2</sub> 0	0,29 ± 0,01	0,05	0,28 ± 0,01	0,05	1,00	1,58
	Na <sub>2</sub> O	$9.0 \pm 0.3$	0,05	8,8 ± 0,4	0,07	1,78	0,89
	CaO	26,0 ± 0,7	0,04	25,8 ± 0,6	0,04	1,36	0,48
	SiO <sub>2</sub>	30,9 ± 0,6	0,03	31,3 ± 0,6	0,03	1,00	1,05
SRCP015	MgO	4,97 ± 0,18	0,05	4,92± 0,20	0,06	1,23	0,42
Shoruis	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,38 ± 0,25	0,07	5,23 ± 0,24	0,07	1,09	0,97
	K <sub>2</sub> 0	0,52 ± 0,01	0,03	0,51± 0,01	0,03	1,00	1,58
	Na <sub>2</sub> O	11,6 ± 0,4	0,05	11,5 ± 0,5	0,07	1,56	0,35
	CaO	36,7 ± 0,7	0,03	36,5± 0,6	0,03	1,36	0,48
SRCP173P	SiO <sub>2</sub>	29,2 ± 0,5	0,03	28,8 ± 0,5	0,03	1,00	1,26
	MgO	2,46 ± 0,10	0,06	2,52± 0,11	0,07	1,21	0,90
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,56 ± 0,16	0,07	3,68 ± 0,17	0,07	1,13	1,15
	K <sub>2</sub> 0	0,21 ± 0,01	0,07	0,20± 0,01	0,07	1,00	1,58
	Na <sub>2</sub> O	8,4 ± 0,3	0,05	8,3± 0,4	0,07	1,78	0,45

Дисперсии и средние результаты, полученные по разработанной и стандартной методикам, оценивали с применением критерия Фишера и модифицированного теста Стьюдента [22]. Сравнение воспроизводимости определения нормируемых компонентов в производственных пробах ШОС показало, что дисперсии отличаются незначимо и результаты принадлежат одной генеральной совокупности ( $F_{\text{табл}} = 2,98 > F_{\text{эксп}}$ ). Дальнейшая обработка результатов анализа с использованием модифицированного теста Стьюдента показала отсутствие систематической погрешности и подтвердила правильность определения компонентов ШОС по разработанной методике ( $t_{\text{табл}} = 2,23 > t_{\text{эксп}}$ ).

По итогам проведенных в данной работе исследований разработана методика АЭС ИСП анализа с при-

менением для градуировки спектрометра и контроля правильности определения CaO, SiO<sub>2</sub>, MgO, AI<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O стандартных образцов шлаков доменных, сталеплавильных, конвертерных и флюсов сварочных плавленых, позволяет быстро и надежно определить целевые компоненты ШОС. Применение микроволновой подготовки проб минимизирует количество применяемых реактивов, исключает процедуру сплавления, а также в 3 раза сокращает продолжительность анализа по сравнению с методиками, применяемыми в настоящее время для анализа ШОС лабораториями металлургических предприятий. Сведения об аттестованной методике измерений будут переданы в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

### Вклад соавторов

Ермолаева Т. Н.: научное руководство, обсуждение результатов эксперимента, критический анализ и доработка текста.

Черникова И. И.: определение замысла и методологии статьи, сбор литературных данных, проведение практических исследований по подбору условий анализа для разработки методики, написание текста статьи

Кострикина Т. В.: сбор литературных данных, проведения анализа по стандартным методикам для набора статистических данных

статистических данных

### Благодарности

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

Тюмнева К. В.: сбор литературных данных, прове-

дение анализа по стандартным методикам для набора

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1. Лебедев И. В. Повышение ассимилирующей способности шлакового расплава в промежуточном ковше при непрерывной разливке низкоуглеродистых сталей, раскисленных алюминием: автореф. дис. канд. техн. наук: 05.16.02 / Лебедев Илья Владимирович. М., 2014. 24 с.
- 2. ТУ 1523-001-09503145-2014. Смеси шлакообразующие гранулированные Alsiflux GS-C7, Alsiflux GS-512/L-2, Syntherm GS 1015/P. Технические условия.
- 3. ТУ 1511-002-24309647. Шлакообразующие смеси ШОС-10 и ШОС-20. Технические условия
- 4. ГОСТ 2642.3 2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV). М.: Изд-во стандартов, 2015. 17 c.
- 5. ГОСТ 2642.4 2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида алюминия. М.: Изд-во стандартов, 2016. 18 c.
- 6. ГОСТ 2642.7-97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кальция. М.: Изд-во стандартов, 2002. 8 с.
- 7. ГОСТ 2642.8-97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида магния. М.: Изд-во стандартов, 2004. 8 с.
- 8. ГОСТ 2642.11-97. Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окисей калия и натрия. М.: Изд-во стандартов, 2004. 4 c.
- 9. ГОСТ 22974.2-96 Флюсы сварочные плавленые. Методы определения оксида кремния. М.: Изд-во стандартов, 1999. 5 с.
- 10. ГОСТ 22974.4-96. Флюсы сварочные плавленые. Метод определения оксида алюминия М.: Изд-во стандартов, 1999.
- 11. ГОСТ 22974.5-96. Флюсы сварочные плавленые. Методы определения оксида кальция и оксида магния М.: Изд-во стандартов, 1999. 5 с.
- 12. ГОСТ 22974.10-96. Флюсы сварочные плавленые. Методы определения оксида натрия и оксида калия М.: Изд-во стандартов, 1999. 3 с.

#### **REFERENCES**

- 1. Lebedev I. V. Increase of the assimilative capacity of the slag melt in the intermediate ladle during the continuous casting of low-carbon steel, deoxidized with aluminum. Ph.D. thesis abstract, Moscow, 2014, 24 p. (In Russ.)
- 2. TU 1523-001-09503145-2014 Granulated slag-forming mixtures Alsiflux GS-C7, Alsiflux GS-512/L-2, Syntherm GS 1015/P. Technical specifications. (In Russ.)
- 3. TU 1511-002-24309647 Slag-forming mixtures ShOS-10 and ShOS-20. Technical specifications. (In Russ.)
- 4. GOST 2642.3-2014 Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of silicon (IV) dioxide. Moscow, Izd. standartov, 2015, 17 p. (In Russ.)
- 5. GOST 2642.4-2016 Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of aluminium oxide. Moscow, Izd. standartov, 2016, 18 p. (In Russ.)
- 6. GOST 2642.7-97. Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of calcium oxide. Moscow, Izd. standartov, 2002, 8 p. (In Russ.)
- 7. GOST 2642.8-97 Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of magnesium oxide. Moscow: Izd. standartov, 2004, 8 p. (In Russ.)
- 8. RF State Standart GOST 2642.11-97. Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of potassium and sodium oxide, Moscow, Izd. standartov, 2004, 4 p. (In Russ.)
- 9. GOST 22974.2-96 Melted welding fluxes. Methods of silicon oxide determination. Moscow, Izd. standartov, 1999, 5 p. (In Russ.)
- 10. GOST 22974.4-96 Melted welding fluxes. Method of aluminium oxide determination. Moscow, Izd. standartov, 1999, 5 p. (In
- 11. GOST 22974.5-96 Melted welding fluxes. Methods of calcium and magnesium oxides determination. Moscow, Izd. standartov, 1999, 5 p. (In Russ.)
- 12. GOST 22974.10-96 Melted welding fluxes. Methods of sodium and potassium oxides determination. Moscow, Izd. standartov, 1999, 3 p. (In Russ.)

- 13. АМ 05757665-252-002-2016. Методика (метод) измерений. Огнеупоры и огнеупорное сырье, известняки и известковые материалы, флюсы, шлаковые материалы и шлакообразующие смеси. Определение массовых долей оксида кремния (IV), оксида кальция, оксида магния, оксида алюминия, оксида марганца (II), оксида титана (IV), оксида хрома (III), оксида циркония (IV), оксида железа (III), оксида ванадия (V), оксида фосфора (V), серы атомно-эмиссионным методом с индуктивно-связанной плазмой. ФР.1.31.2016.23823.
- 14. СТП СМК 05757665-8.2-103-2007. Измерение, анализ и улучшение. Мониторинг и измерение. Методика выполнения измерений массовых долей оксида калия и оксида натрия в шлакообразующих смесях.
- 15. Тормышева Е. А., Смирнова Е. В., Ермолаева Т. Н. Микроволновая пробоподготовка наплавочных материалов для анализа методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т.76. №10. С. 10–14.
- 16. Черникова И. И., Томилина Е. А., Кукина В. А., Ермолаева Т. Н. Оптимизация условий микроволновой пробоподготовки в анализе феррованадия и феррониобия методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 2. С. 12–17.
- 17. Якубенко Е. В., Войткова З. А., Ермолаева Т. Н. Микроволновая пробоподготовка огнеупоров и огнеупорного сырья для определения оксидов магния, алюминия, кремния, кальция и железа (III) методом АЭС-ИСП / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. № 3. С. 15–19.
- 18. Алексеев А. В., Якимович П. В. Микроволновая пробоподготовка хрома для определения вредных примесей методом ИСП-МС /Электронный научный журнал «ТРУДЫ ВИАМ»-2015. Doi: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-12-12.
- 19. Якубенко Е. В., Толмачева О. В., Черникова И. И., Ермолаева Т. Н. Анализ кремнеземистых огнеупоров методом АЭС-ИСП в сочетании с микроволновой пробоподготовкой / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 4. С. 26–30.
- 20. М 24-2012 Рекомендация. Аттестация методик (методов) измерений показателей состава и свойств объектов металлургического производства, производственного экологического контроля, мониторинга состояния окружающей природной среды, химических факторов производственной среды. Екатеринбург: 3AO «ИСО», 2012. 37 с.
- 21. М 20-2010 Рекомендация. Нормы точности количественного химического анализа материалов черной металлургии. Екатеринбург: 3AO «ИСО», 2010. 37 с.
- 22. Вершинин В. И., Перцев Н. В. Планирование и математическая обработка результатов химического эксперимента: учебное пособие. Омск: Изд-во ОмГУ, 2005. 216 с.

- 13. AM 05757665-252-002-2016 Method of measurement. Refractories and refractory raw materials, limestone and calcareous materials, fluxes, slag materials and slag-forming mixtures. Determination of the mass fractions of silica (IV) oxide, calcium oxide, magnesium oxide, aluminum oxide, manganese (II) oxide, titanium (IV) oxide, chromium (III) oxide, zirconia (IV) oxide, iron (III) oxide, vanadium oxide (V), phosphorus (V) oxide, sulfur by atomic-emission method with inductively coupled plasma. FR.1.31.2016.23823. (In Russ.)
- 14. STP SMK 05757665-8.2-103-2007. Measurement, analysis and improvement. Monitoring and measurement. Method for performing measurements of the mass fractions of potassium oxide and sodium oxide in the slag-forming mixtures. (In Russ.)
- 15. Tormysheva E. A., Smirnova E. V., Ermolaeva T. N. Microwave sample preparation of facing materials for analysis using the method of atomic emission spectroscopy with inductively coupled plasma. Industrial laboratory. Diagnostics of materials. 2011; 47(15): 1623–1626. (In Russ.)
- 16. Chernikova I. I., Tomilina E. A., Kukina V. A., Ermolaeva T. N. Optimization of Microwave Sample Preparation in ICP-AES Analysis of Ferrovanadium and Ferroniobium. Industrial laboratory. Diagnostics of materials. 2017;83(2):12-17. (In Russ.)
- 17. Yakubenko E. V., Voytkova Z. A., Ermolaeva T. N. Microwave sample preparation of refractories and refractory raw materials for the determination of magnesium, aluminum, silicon, calcium and iron (III) oxides by the method of ICP-AES. Industrial laboratory. Diagnostics of materials. 2014; 80(3)15–19. (In Russ.)
- 18. Alekseev A. V., Yakimovitch P. V. Microwave sample preparation of chrome for determination of contaminants by method of ICP-MS. Trudy VIAM=Proceedings of VIAM. 2015. Doi: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-12-12 (In Russ.)
- 19. Yakubenko E. V., Tolmacheva O. V., Chernikova I. I., Ermolaeva T. N. Analysis of Silica Refractories using ICP-AES combined with Microwave Sample Preparation. Industrial laboratory. Diagnostics of materials. 2017;83(4):26-30. (In Russ.)
- 20. Recommendation. Certification of methods of measurements of the composition and properties of metallurgical production facilities, industrial environmental monitoring, environmental monitoring, chemical factors in the production environment. Ekaterinburg. ZAO «ISO», 2012, 37 p. (In Russ.)
- 21. M 20-2010 Recommendation. Norms of accuracy of quantitative chemical analysis of materials of ferrous metallurgy. Ekaterinburg. ZAO «ISO», 2010, 37 p. (In Russ.)
- 22. Vershinin V. I., Pertsev N. V. Planning and mathematical processing of the results of a chemical experiment: a tutorial. Omsk: Izd. OmGU, 2005, 216 p. (In Russ.)



### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Черникова Инна Игоревна — аспирантка Липецкого государственного университета, кафедра химии. Место работы: ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат», инженер Российская Федерация, г. Липецк, ул. Московская, 30 e-mail: nsonslso@yandex.ru

Кострикина Татьяна Владимировна — студентка Липецкого государственного технического университета, кафедра химии Российская Федерация, г. Липецк, ул. Московская, 30 e-mail: tanyakostrykyna@icloud.com

Тюмнева Кристина Владимировна — студентка Липецкого государственного технического университета, кафедра химии Российская Федерация, г. Липецк, ул. Московская, 30 e-mail: bkv-1996@yandex.ru

**Ермолаева Татьяна Николаевна** — д-р хим. н., профессор кафедры химии Липецкого государственного технического университета

Российская Федерация, г. Липецк, ул. Московская, 30 e-mail: ermolaeva@stu.lipetsk.ru

#### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Inna I. Chernikova – postgraduate student at Lipetsk State Technical University, Department of Chemistry. Place of employment: PAO «NLMK», engineer

30 Moskovskaya St., Lipetsk 398600 the Russian Federation e-mail: nsonslso@yandex.ru

**Tatyana V. Kostrikina** – student at Lipetsk State Technical University, Department of Chemistry 30 Moskovskaya St., Lipetsk 398600 the Russian Federation e-mail: tanyakostrykyna@icloud.com

**Kristina V. Tyumneva** – student at the Lipetsk State Technical University, Department of Chemistry 30 Moskovskaya St., Lipetsk 398600 the Russian Federation e-mail: bkv-1996@yandex.ru

**Tatyana N. Ermolaeva** – D. Sc. (Chem.), professor, at Lipetsk State Technical University, Department of Chemistry 30 Moskovskaya St., Lipetsk 398600 the Russian Federation e-mail: ermolaeva@stu.lipetsk.ru



GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS. INTERNATIONAL STANDARDS. EURACHEM IN RUSSIA

### ПРОВЕРКА КВАЛИФИКАЦИИ И ДРУГИЕ ВИДЫ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧЕНИЙ. ИНФОРМАЦИОННАЯ БРОШЮРА EURACHEM

<sup>©</sup>М. Ю. Медведевских<sup>а</sup>, В. Б. Барановская <sup>b</sup>

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

<sup>b</sup> ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова», г. Москва, Российская Федерация

Данная рубрика посвящена основным направлениям нормативно-методической деятельности Европейского сообщества по метрологии в аналитической химии EURACHEM (Еврахим)<sup>1</sup>, стратегическим планам и задачам, обсуждению проектов разрабатываемых документов, планируемых мероприятий.

В этом сообщении рассмотрены вопросы участия лабораторий в программах проверки квалификации — «Proficiency Testing Schemes», приведена информация о Руководстве<sup>2</sup> Еврахима по данному вопросу. Представлен перевод на русский язык информационной брошюры «Proficiency Testing Schemes and other interlaboratory comparisons»<sup>3</sup>, подготовленной рабочей группой Еврахим по проверке квалификации и содержащей информацию о типах сравнительных испытаний, преимуществах, ограничениях и роли проверки квалификации в обеспечении качества измерений, применении ее результатов в деятельности лаборатории. Рассмотрены критерии выбора программ проверки квалификации, вопросы аккредитации провайдеров проверки квалификации, образовательные аспекты.

**Ключевые слова**: проверка квалификации, внешняя оценка качества, межлабораторные сравнительные испытания, провайдеры, программы проверки квалификации, EURACHEM (Еврахим), аналитические измерения

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Европейское общество по метрологии в аналитической химии EURACHEM (Еврахим). URL: www.eurachem.org.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes (2011) / под ред. I. Mann, B. Brookman. URL: www.eurachem.org/index.php/publications/guides/usingpt.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> «Proficiency Testing Schemes and other interlaboratory comparisons» / под ред. The Eurachem Proficiency Testing Working Group (PTWG). URL: https://www.eurachem.org/images/stories/leaflets/pt/pt/Eurachem\_leaflet\_PT\_RU\_November\_2017.pdf.

### PROFICIENCY TESTING AND OTHER INTERLABORATORY COMPARISONS. FURACHEM LEAFLET

<sup>©</sup>Maria Yu. Medvedevskikh<sup>a</sup>, Vasilisa B. Baranovskaja<sup>b</sup>

<sup>a</sup>FGUP «Ural Research Institute for Metrology», Ekaterinburg, the Russian Federation F-mail: lab241@uniim.ru

<sup>b</sup> Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry of the Russian Academy of Sciences, Moscow, the Russian Federation

This section is devoted to the main focus of EURACHEM (a European network of metrology organizations in analytical chemistry) regulatory and guidance activities, strategic plans and tasks, discussion of document drafts and planned events.

This announcement covers issues of laboratory participation in «Proficiency Testing Schemes» and gives information on EURACHEM Guide on this matter. The translation of the leaflet «Proficiency Testing Schemes and other interlaboratory comparisons» into Russian is presented. The leaflet was prepared by EURACHEM Proficiency Testing Working Group and contains information on types of comparisons, advantages, limitations, and role of proficiency testing in providing measurement quality, use of proficiency testing results in activities of a laboratory. Criteria for choosing proficiency testing schemes, accreditation of proficiency testing providers, educational aspects are considered.

**Keywords**: proficiency testing, external quality assessment, interlaboratory comparisons, providers, proficiency testing schemes, EURACHEM, analytical measurements

Европейское сообщество по метрологии в аналитической химии EURACHEM (Еврахим) разрабатывает и публикует методические материалы по актуальным вопросам, связанным с деятельностью лабораторий, в том числе обеспечением качества, стандартными образцами, неопределенностью и прослеживаемостью, проверкой квалификации и др. Данная Информационная брошюра посвящена вопросам участия лабораторий в программах проверки квалификации – «Proficiency Testing Schemes».

Проверка квалификации лаборатории является важным элементом обеспечения качества ее работы. С ростом требований к независимым доказательствам компетентности со стороны регулирующих органов и потребителей проверка квалификации лаборатории становится необходимым инструментом гарантии качества и безопасности объектов контроля в каждой стране. Столь же важно участие в проверке квалификации и для самой лаборатории, получающей независимую оценку качества аналитических результатов, что дает возможность контролировать и улучшать свою деятельность.

Необходимость в постоянном доверии к качеству работы лаборатории важна не только для лабораторий

и их заказчиков, но также и для других заинтересованных сторон, таких как инспектирующие организации, органы по аккредитации лабораторий и другие организации, которые устанавливают требования к лабораториям. ГОСТ ИСО/МЭК 17011-2009 «Оценка соответствия. Общие требования к органам по аккредитации, аккредитующим органы по оценке соответствия» [1] предъявляет к органам по аккредитации требование принимать во внимание участие лабораторий в проверке квалификации и полученные при такой проверке характеристики функционирования. Растет необходимость в проверке квалификации для других видов деятельности по оценке соответствия, например, инспектирование (инспекционный контроль) или сертификация продукции.

Основополагающий стандарт ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 «Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации» [2] разработан для обеспечения всех заинтересованных сторон согласованной основой по установлению компетентности организаций, предоставляющих услуги по проведению проверки квалификации, и охватывает такие аспекты, как управление, планирование и разработка, персонал, обеспечение качества, конфиденциальность и др.

Проверка квалификации включает использование межлабораторных сличений для решения следующих задач [2]:

- а) оценивание характеристик функционирования лабораторий по проведению испытаний или выполнению измерений и постоянного их мониторинга;
- б) выявление проблем в лабораториях, связанных, например, с применением неправильных процедур измерений или испытаний, недостаточной эффективностью обучения и управления персоналом или некорректной калибровкой оборудования и их устранением;
- в) установление эффективности и сравнимости методов испытаний или измерений;
- г) обеспечение дополнительного доверия у заказчиков лаборатории;
  - д) выявление различий между лабораториями;
- е) обучение участвующих лабораторий, основанное на результатах сличений:
  - ж) подтверждение заявленной неопределенности;
- и) оценивание характеристик метода (часто описываемое как совместные испытания);
- к) установление значений стандартных образцов и оценивание их пригодности для использования в определенных процедурах измерений или испытаний;
- л) установление эквивалентности измерений, выполняемых национальными метрологическими институтами, через ключевые сличения и дополнительные сличения, проводимые Международным бюро мер и весов (ВІРМ) и взаимодействующими с ними региональными метрологическими организациями.

Проверка квалификации обычно не относится к пунктам и), к) и л), так как в этих случаях уже предполага-

ЛИТЕРАТУРА

- 1. ГОСТ ИСО/МЭК 17011-2009 Оценка соответствия. Общие требования к органам по аккредитации, аккредитующим органы по оценке соответствия. М.: Стандартинформ, 2010. 20 с.
- 2. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартинформ, 2014. 36 с.

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

**Медведевских Мария Юрьевна** — канд. техн. наук, зав. лабораторией метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ»

620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4 e-mail: lab241@uniim.ru

Researcher ID: G-6171-2017

ется наличие лабораторной компетенции, но эти задачи могут быть использованы для обеспечения независимых демонстраций лабораторной компетенции.

Межлабораторные сличения широко используются для ряда задач и находят все большее применение на международном уровне.

Европейским сообществом по метрологии в аналитической химии Еврахим разработано Руководство «Выбор, использование и интерпретация результатов программ проверки квалификации» («Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes», 2011)<sup>4</sup>, опубликованное на сайте www.eurachem.org, и ряд Информационных брошюр (Information Leaflets), посвященных данной теме.

Руководство содержит методические указания по выбору и использованию программ проверки квалификации (РТ), а также подходы к интерпретации результатов и оценок, используемых в программах. Несмотря на то что Руководство ориентировано прежде всего на персонал аналитических лабораторий, оно также полезно для потребителей услуг лабораторий, экспертов по аккредитации, органов по аккредитации и других заинтересованных лиц.

О целях и преимуществах программ проверки квалификации можно узнать из Информационной брошюры Еврахима «Proficiency Testing Schemes and other interlaboratory comparisons», перевод которой подготовлен национальными представителями России в этой организации и представлен в данной статье.

#### **REFERENCES**

- 1. GOST ISO/IEC 17011-2009 Conformity assessment. General requirements for accreditation bodies accrediting conformity assessment bodies. Moscow, Standartinform Publ., 2010. 20 p. (In Russ.)
- 2. GOST ISO/IEC 17043-2013 Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 36 p. (In Russ.)

### INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Maria Yu. Medvedevskikh – Ph.D. (Eng.), Head of Laboratory for Moisture Measurement and Certified Reference Materials, Ural Research Institute for Metrology

4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg 620075 the Russian Federation

e-mail: lab241@uniim.ru Researcher ID: G-6171-2017

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> «Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes» (2011) / под ред. I. Mann, B. Brookman. URL: www.eura-chem.org/index.php/publications/guides/usingpt.



Барановская Василиса Борисовна – д-р хим. наук, старший научный сотрудник ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН»; руководитель отделения аналитики и качества ОАО «Государственного научно- исследовательского и проектного института редкометаллической промышленности «ГИРЕДМЕТ»; доцент кафедры «Сертификация и аналитический контроль» Национального исследовательского технологического университета «МИСиС» 119017, г. Москва, Б. Толмачёвский пер., дом 5, стр. 1 e-mail: baranovskaya@list.ru

Vasilisa B. Baranovskaja – D.Sc. (Chem.), 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 and Design Institute of Rare Metal Industry «GIREDMET»; Leading Researcher, Associate Professor, the National University of Science and Technology «MISiS» bld 1, 5 B.Tolmachevskiy per, Moscow 119017 the Russian Federation

e-mail: baranovskaya@list.ru

## Программы проверки квалификации

### и другие межлабораторные сравнительные испытания

### Типы сравнительных испытаний

Межлабораторные сравнительные испытания подразумевают организацию, проведение и оценку испытаний одних и тех же или аналогичных образцов двумя или более лабораториями в соответствии с предварительно установленными правилами. Сравнительные испытания проводятся для всех видов научной деятельности, но цели, регламент проведения и участники различаются.

При сертификационных испытаниях (при разработке стандартных образцов прим. авт. перевода) измерения проводятся для того, чтобы присвоить аттестованное значение стандартным образцам. При валидации метода (в случае совместных испытаний) оцениваются характеристики метода, например, правильность и прецизионность. Результаты наиболее точных измерений сравниваются по всему миру в рамках «ключевых сличений».



Программы проверки квалификации (PT) – также известные как «программы внешней оценки качества (EQA)» или «оценка качества работы лабораторий» - одно из средств оценки качества выполнения рутинных измерений. Программы проверки квалификации являются наиболее распространенным, и, возможно, наиболее важным видом межлабораторных сличений.

### Преимущества проверки квалификации

Участие в проверке квалификации позволяет вам сравнить результаты испытаний вашей лаборатории с результатами испытаний других лабораторий. Кроме того, проверка квалификации позволит вам:

- Регулярно, объективно и независимо оценивать качество ваших рутинных анализов;
- Иметь обратную связь, которая стимулирует улучшение технической деятельности;
- Получать сравнительную информацию о характеристиках метода и работе оборудования;
- Располагать обзорной информацией о качестве выполнения анализов определенного типа в некотором секторе экономики, стране или регионе.

### Ограничения процесса проверки квалификации

В идеале образцы для проверки квалификации аналогичны по своим характеристикам рутинным пробам и достаточно однородны и стабильны, чтобы не влиять на оценку работы участников. Из практических соображений образцы для проверки квалификации иногда подвергаются дополнительной обработке, например, стабилизации и/или сублимационной сушке. Участники должны быть проинформированы об этом.

Организация программ проверки квалификации и оценки их результатов может осуществляться разными способами. Идеального регламента проведения не существует! Для лабораторий и их заказчиков, а также для органов по аккредитации и регулирующих органов может быть важно иметь информацию об отличии в оценивании одних и тех же результатов разными провайдерами "РТ".

### Выбор подходящих программ проверки квалификации

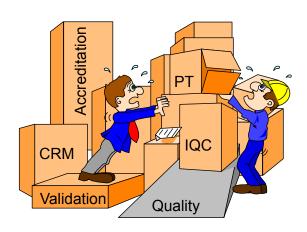
Вследствие большого количества аналитических задач и разнообразия методов испытаний не всегда можно найти программу, которая отвечает требованиям конкретной лаборатории. Перед регистрацией для участия в программе внимательно проверьте, что материалы для исследований, аналиты, а также уровень их содержания соответствуют вашим рутинным измерениям. Подходит ли вам периодичность проведения проверки квалификации и достаточно ли информативен отчет провайдера?

### Рольпроверкиквалификации в качестве измерений

Получение правильных результатов измерений обеспечивается как за счет внутренних, так и внешних «инструментов». На этапе валидации характеристики устанавливаются Последующее использование контрольных карт позволяет осуществлять статистический контроль Многие лаборатории, измерений. аккредитацию своей деятельности, внедряют систему менеджмента качества и проходят регулярный внешний аудит своей работы. Участие в проверке квалификации - это эффективный внешний инструмент, позволяющий проверить, пригодны ли ваши методики для достижения поставленной цели!

### Образовательные аспекты

Проверка квалификации предоставляет возможности для образования и профессиональной подготовки. Многие провайдеры проводят встречи с участниками для обсуждения результатов испытаний и проблемных вопросов. Программы проверки квалификации с использованием Интернет-ресурсов, применяющие цифровые изображения образцов, позволяют задействовать неограниченное количество участников, получить немедленную обратную связь и предоставляют возможность проведения повторных оценок.



Accreditation: Аккредитация; Validation: Валидация;

CRM: Сертифицированные стандартные образцы;

РТ: Проверка квалификации;

IQC: Внутренний контроль качества;

Quality: Качество.

# **Аккредитация провайдеров** проверки квалификации

Некоторые провайдеры проверки квалификации принимают решение получить аккредитацию. В этом случае процесс организации и оценки результатов будет оцениваться на соответствие международным руководящим документам по аналогии с оценкой деятельности калибровочных и испытательных лабораторий.

### Применение результатов проверки квалификации

Поскольку программы проверки квалификации обеспечивают обобщение информации о качестве аналитических измерений в конкретных областях применения, их результаты все чаще используются заказчиками услуглабораторий, атакже органами по аккредитации и регулирующими органами. Проверка квалификации помогает выявить проблемы в измерениях, которые оказывают непосредственное влияние в области торговли, мониторинга окружающей среды, здравоохранении и безопасности.

### Подробности

Информацию о провайдерах и программах проверки квалификации можно получить в национальном органе по аккредитации, а также у организаций Eurachem, Eurolab и EQALM. Интернет- база данных EPTIS (www.eptis.org) содержит информацию о нескольких сотнях программах проверки квалификации.

# ИНФОРМАЦИЯ. HOBOCTИ. COБЫТИЯ / INFO. NEWS. EVENTS

■ ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ / overview of special events



Организационный комитет III Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях» приглашает Вас принять участие в конференции, которая состоится 11–14 сентября 2018 года в г. Екатеринбурге.

#### ОРГАНИЗАТОРЫ КОНФЕРЕНЦИИ

- Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт);
- Научный методический центр Государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов;
- Уральский научно-исследовательский институт метрологии (УНИИМ).

#### ТЕМАТИКА КОНФЕРЕНЦИИ

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 многоэлементых стандартных образцов, фармацевтики, контроля качества и безопасности пищевых добавок и продуктов, экологического мониторинга, черной, цветной металлургии, атомной промышленности и др.;
- метрологическое обеспечение измерений, связанных с обработкой результатов измерений, разработкой и аттестацией новых методик измерений состава и свойств веществ и материалов, анализом возможностей совокупных методов измерений в аналитическом контроле и др.;
- методы измерений (химические и физико-химические методы, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др.);
- метрологическая прослеживаемость измерений, коммутативность;

- - межлабораторные сличительные испытания;
- международное сотрудничество в области стандартных образцов;
  - вопросы общеметрологического характера.

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

К участию в обсуждении приглашаются российские и зарубежные 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.

### ИНФОРМАЦИОННАЯ ПОДДЕРЖКА КОНФЕРЕНЦИИ

Материалы, представляемые на конференцию, планируются к публикации в виде:

- сборник тезисов докладов конференции (*входит* в комплект участника конференции);
- сборник трудов конференции (формируется после проведения конференции, планируется к подаче в Международные базы данных Web of Science и Scopus).

Опубликованные материалы будут размещены на сайте конференции; портале Государственной службы стандартных образцов; сайтах Российской государственной библиотеки; Научной электронной библиотеки еLIBRARY.RU; электронной библиотеки КиберЛенинка и других баз данных. Материалы также будут представлены на экспертизу для включения в международные базы данных Scopus, Web of Science.

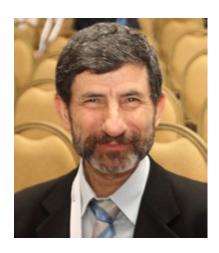
### ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4 Телефон: 8 (343) 350-72-42, 350-60-68

e-mail: conference@gsso.ru www.conference.gsso.ru

### МЕЖДУНАРОДНЫЙ СЕМИНАР. КАЧЕСТВО РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ОЦЕНКИ СООТВЕТСТВИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА НОРМАМ -ЧТО ТАКОЕ ХОРОШО И ЧТО ТАКОЕ ПЛОХО?

### 21 января 2019 г., г. Тель-Авив, Израиль



Dr. Ilya Kuselman, Chair of the Organizing Committee

Д-р Илья Кусельман, Председатель научного комитета семинара

Уважаемые коллеги!

От имени Международного консультативного комитета я рад пригласить вас принять участие в **Четвертом семина-** ре по метрологии и качеству результатов в аналитической химии<sup>1</sup>, который состоится 21 января 2019 г. в Тель-Авиве, Израиль. Семинар пройдет совместно с конференцией и выставкой Isranalitica 2019, www.isranalytica.org.il.

Основной целью данного семинара является обсуждение параметров качества результатов испытаний (химического анализа) в фармацевтической промышленности, окружающей среде, металлургии и других областях, необходимых для оценки соответствия нормам материалов и объектов. Обсуждение также затронет следующие темы:

- использование неопределенности измерений как параметра качества результатов испытаний;
- определение корреляции результатов испытаний концентраций различных компонентов как еще одного параметра качества результатов;

- влияние неопределенности измерений и корреляции результатов испытаний на вероятности ложных решений при оценке соответствия нормам материала или объекта;
- пути минимизации неопределенности измерений до их целевых значений и повышение качества результатов испытаний.

Семинар проводится Центром прикладных знаний «Биофорум» при участии Израильского общества аналитической химии и Израильского учреждения аккредитации лабораторий, совместно с Международной организацией теоретической и прикладной химии (IUPAC) и Международной кооперацией для прослеживаемости в аналитической химии (CITAC),

Принимаются тезисы лекций и постеров (до 300 слов), а также краткие биографические справки (до 100 слов) до **1 августа 2018 г.** (e-mail: ilya.kuselman@gmail.com).

Вопросы по организации семинара, месту, проживанию, участию и т. д. можно направлять конференц-менеджеру Ms. Reut Lazar (e-mail: reutl@bioforum.co.il).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Первые три семинара по метрологии и качеству в аналитической химии были проведены в г. Тель-Авиве в 2013, 2015 и 2017 гг. Отчеты о них опубликованы в журнале «Chemistry International» (2013) 35/3:30-31, (2015) 37/3:30-32, и (2017) 39/2:40-42, а также в журнале «Стандартные образцы» (2017) 13/1:63-66.



### BERM 15 23-26 сентября 2018 г.

# Международный симпозиум по биологическим и экологическим стандартным образцам

Стандартные образцы (RMs) являются одним из наиболее важных инструментов обеспечения качества и международной сопоставимости результатов измерений, их надлежащее использование все более востребовано в законодательстве и аккредитации.

Симпозиум BERM объединяет национальные метрологические институты, производителей стандартных образцов, правительственных чиновников, ученых-аналитиков и аккредитационные органы, для того чтобы представить и обсудить последние тенденции и достижения в области разработки и использования стандартных образцов и сертифицированных стандартных образцов (СВМ). Участники имеют уникальную возможность взаимодействовать с ключевыми учреждениями со всего мира, которые заинтересуются разработкой, производством, распространением и использованием стандартных образцов.

#### ОРГАНИЗАТОР:

Bundesanstalt für Materialforschung und prüfung (BAM).

Телефон: +49 (0) 651-145789-15 E-mail: bam@meetingmasters.de

## **ΕΝΕΛΝΟΤΕΚΑ / LIBRARY**

# ■ Obsop Πυβλακαμαμα πο Ctah Δapth bim obpasilam / 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 статей, опубликованных в российских и зарубежных журналах.

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

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

В этом выпуске представлена информация о статьях, опубликованных в 2017 году в семи профильных журналах: «Измерительная техника», «Метрология», «Геохимия», «Труды ВИАМ», «Аналитика и контроль», «Химико-фармацевтический журнал», «Биопрепараты. Профилактика, диагностика, лечение».

### Журнал «ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ ТЕХНИКА»

ISSN 0368-1025

Учредитель Федеральное государственное унитарное предприятие «Всерос-

сийский 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 «МЕТРОЛОГИЯ»

ISSN 0132-4713

Учредитель Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссий-

ский научно-исследовательский институт метрологической службы»

Страна Россия

Периодичность ежеквартально

Официальный сайт http://www.vniims.ru/izm-technika.html

Метрология.

2017. № 2. C. 45-52.

### ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА УГЛЕРОДА В ГАЗООБРАЗНЫХ, ЖИДКИХ И ТВЕРДЫХ СРЕДАХ

Чубченко Я. К., Конопелько Л. А.

Рассмотрены основные проблемы и последние достижения в области метрологического обеспечения определения изотопного состава углерода в жидких, твердых и газообразных средах. Приведен обзор существующих методов определения изотопного состава углерода. Даны рекомендации по разработке нового типа стандартных образцов – газовых смесей в баллонах под давлением. Стандартные образцы прослеживаются к международному эталону VPDB. Сформулированы основные требования к погрешности аттестации стандартных образцов.

Ключевые слова: определение изотопного состава углерода, стандартные образцы изотопного состава углерода

Метрология.

2017. T. 1. C. 41-50.

## АНАЛИЗ МЕТОДОВ И СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ КАТАЛИТИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ БИОЛОГИЧЕСКИ И ХИМИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ

Кудеяров Ю. А., Кулябина Е. В., Мелкова О. Н., Зеленкова М. В., Паньков А. Н., Пахаруков И. Ю.

Проанализированы методы и средства измерений каталитической активности, которые могут быть полезны при разработке эталона этой величины. Показано, что при разработке эталона необходимо соблюдать обязательные требования к выбору объектов (катализаторов), методов и средств измерений.

**Ключевые слова**: катализаторы, каталитическая активность, пробоподготовка, методы измерений, референтные методики, стандартные образцы

### Журнал «ГЕОХИМИЯ»

ISSN 0016-7525

Учредитель Федеральное государственное унитарное предприятие «Академи-

ческий 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 сходимость 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 «Труды ВИАМ»

ISSN 0023-1134

Учредитель Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссий-

ский научно-исследовательский институт авиационных материалов»

Страна Россия

Периодичность ежемесячно

Официальный сайт http://viam-works.ru

Труды ВИАМ 2017. № 9 (57). С. 11.

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-9-11-11

## УСТАЛОСТНАЯ ДОЛГОВЕЧНОСТЬ СТАЛИ ВКС-9 В УСЛОВИЯХ СИММЕТРИЧНОГО НАГРУЖЕНИЯ «РАСТЯЖЕНИЕ-СЖАТИЕ» И «ИЗГИБ С ВРАЩЕНИЕМ»

Гриневич А. В., Ерасов В. С., Якушева Н. А., Терехин А. Л.

Приведены результаты усталостных испытаний высокопрочной стали ВКС-9, разработанной для применения в шасси самолетов и других высоконагруженных деталях летательных аппаратов. Проиллюстрирована основная сложность разработки высокопрочных сталей, обусловленная тем, что несущая способность конструкции с концентратором напряжений оказывается существенно ниже предела прочности, определенного на стандартном образце. Наряду с оценкой сопротивления материала хрупкому разрушению критерий усталостного разрушения также является основой определения несущей способности. Исходя из аппаратурного оснащения, отечественная практика испытаний на усталость базировалась на нагружении по схеме «изгиб с вращением». Американские справочники предоставляют данные по усталости, полученные при испытаниях по схеме нагружения «растяжение-сжатие». Для корректного сравнения данных по усталости проведены сравнительные испытания высокопрочной стали ВКС-9 по различным схемам нагружения. Установлено, что пределы ограниченной выносливости на базах 104-106 циклов при испытании по схеме нагружения «изгиб с вращением» превышают пределы выносливости, определенные при испытаниях по варианту «растяжение-сжатие».

**Ключевые слова:** высокопрочная сталь, усталостные испытания, хрупкое разрушение, пределы выносливости, циклическое нагружение, чистый изгиб с вращением

### Журнал «АНАЛИТИКА И КОНТРОЛЬ»

ISSN 2073-1442

Учредитель Уральский федеральный университет имени первого Президента

России Б.Н. Ельцина

Страна Россия

Периодичность ежеквартально

Официальный сайт http://aik-journal.urfu.ru



Аналитика и контроль 2017. Т. 21. № 1. С. 6–15.

DOI: 10.15826/analitika.2017.21.1.001

## АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРАЛЬНОГО КОМПЛЕКСА «ГРАНД-ПОТОК» ПРИ СЦИНТИЛЛЯЦИОННОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБАХ

Дзюба А. А., Лабусов В. А., Васильева И. Е., Шабанова Е. В., Бабин С. А.

Введение. С целью снижения пределов обнаружения золота при анализе порошковых геологических проб методом сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектрометрии быстродействующий анализатор МАЭС выполнен в виде комбинированной гибридной сборки из 12 линеек фотодетекторов БЛПП-369М1 и одной более чувствительной линейки БЛПП-2000. Данное исследование направлено на изучение аналитических возможностей спектрального комплекса «Гранд-Поток», оснащенного таким анализатором, с введением вещества в плазму дуги по способу просыпки-вдувания.

**Зкспериментальная часть.** Испытания проведены на двух идентичных комплексах «Гранд-Поток» с минимальной базовой экспозицией 3 мс. Высокочувствительная линейка БЛПП-2000 была установлена в спектральном диапазоне 258-269 нм. В ходе работы было изучено 16 стандартных образцов горных пород, рыхлых отложений, почв, руд и продуктов их переработки с содержанием золота от 0.002 до 34 г/т и серебра от 0.05 до 34 г/т.

Результаты и их обсуждение. Значения относительного среднеквадратичного отклонения при определении золота варьировались от 1.6 до 38 % для рудных и техногенных стандартных образцов и от 13 до 170 % для горных пород и почв, при определении серебра — от 1 до 55 % в диапазоне 4 порядков содержания. Количество стандартных образцов с завышенным или заниженным значением валового содержания золота и серебра примерно одинаково, что свидетельствует о возможности улучшения точности САЭС после установления источников систематических погрешностей. Анализ зависимости количества частиц от валового содержания показал, что с увеличением валового содержания количество частиц, содержащих золото или серебро, в порошковой пробе монотонно растет до концентраций 2 г/т и 0.3 г/т соответственно. Начиная с этих содержаний, вспышки аналитов перестают разделяться по времени.

**Выводы.** Хорошая повторяемость результатов определения валового содержания золота и серебра в минеральном сырье указывает на возможность аттестации методики согласно ОСТ 41-08-205-2004.

**Ключевые слова:** сцинтилляционная атомно-эмиссионная спектрометрия, спектральный комплекс «гранд-поток», быстродействующий анализатор маэс, золото, серебро, геологические порошковые пробы

Аналитика и контроль 2017. Т. 21. № 1. С. 16–24.

DOI: 10.15826/analitika.2017.21.1.003

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ ПОРОДООБРАЗУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ, СТРОНЦИЯ И ЦИРКОНИЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ ДЛЯ ГЕОХИМИЧЕСКОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

Амосова А. А., Чубаров В. М., Канева Е. В., Маркова Ю. Н.

Методика, разработанная для количественного рентгенофлуоресцентного анализа малых навесок изверженных горных пород, применена для осадочных горных пород, которые существенно отличаются по химическому и минеральному составу, в частности, могут содержать более 15 % органической составляющей. Градуировочные уравнения были построены с использованием стандартных образцов континентальных рыхлых отложений, речных и морских илов и глин. Были прокалены и сплавлены в форме стеклянных дисков с метаборатом лития 143 образца керна донных отложений континентального озера Баунт (республика Бурятия). Правильность определения основных породообразующих компонентов (Na2O, MgO, Al2O3, SiO2, P2O5, K2O, CaO, TiO2, MnO, Fe2O3) и некоторых микроэлементов (Sr, Zr) рентгенофлуоресцентным методом оценена сопоставлением полученных результатов с данными анализа методами спектрофотометрии, пламенной фотометрии и рентгенофлуоресцентного анализа с возбуждением синхротронным излучением. Полученные результаты соответствуют требованиям количественного химического анализа. Рентгенофлуоресцентный анализ каждого сантиметра керна донных отложений озера Баунт позволил выявить за последние 7000 лет значительные вариации содержаний элементов, их соотношений и геохимических индексов, важных при палеоклиматических реконструкциях изменений региональных условий окружающей среды

**Ключевые слова:** рентгенофлуоресцентный анализ с волновой дисперсией, рентгенофлуоресцентный анализ с возбуждением синхротронным излучением, донные отложения, палеоклимат

### Химико-фармацевтический журнал

ISSN 0023-1134

Учредитель 000 «Фолиум»

Страна Россия

Периодичность ежемесячно

Официальный сайт http://chem.folium.ru

Химико-фармацевтический журнал 2017. Т. 51. № 10. С. 48–59.

#### ОБ АТТЕСТАЦИИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В ФАРМАЦИИ: МЕТОД БАЛАНСА МАСС

Эпштейн Н. А.

В обзоре критически рассмотрены подходы для аттестации субстанций как стандартных образцов (СО) методом баланса масс и ограничения, которые надо учитывать при использовании этого метода. Приведены формулы, необходимые для оценки неопределенности аттестованного значения СО. В том числе предложены отсутствующие в литературе формулы: а) для оценки неопределенности значения содержания органических примесей, получаемых методом нормализации площадей (высот) пиков с поправочными коэффициентами; б) для оценки неопределенности, связанной с пределом обнаружения органических примесей. Приведены рекомендации для корректной аттестации субстанций методом баланса масс.

Ключевые слова: стандартные образцы, аттестация, неопределенность, метод баланса масс, рекомендации, фармация

Химико-фармацевтический журнал 2017. Т. 51. № 8. С. 44–50.

#### РАЗРАБОТКА ПОРЯДКА АТТЕСТАЦИИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ БИОЛОГИЧЕСКИХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ

Фадейкина О. В., Волкова Р. А.

Стандартные образцы необходимы для стандартизации лекарственных средств (ЛС), в том числе и биологических (БЛС), что является важнейшим условием эффективности и безопасности их применения. На основании рассмотрения опыта аттестации биологических стандартных образцов и анализа зарубежных и отечественных нормативно-методических документов в области стандартных образцов предложен порядок аттестации стандартных образцов, применяемых при контроле качества БЛС. Описаны общие статистические подходы к оценке результатов испытаний, полученных при установлении значения аттестованной характеристики стандартного образца БЛС и его неопределенности.

**Ключевые слова:** аттестация, неопределенность, биологические стандартные образцы

### Журнал «БИОПРЕПАРАТЫ. ПРОФИЛАКТИКА, ДИАГНОСТИКА, ЛЕЧЕНИЕ»

ISSN 2221-996X

Учредитель Федеральное государственное бюджетное учреждение «Научный

центр экспертизы средств медицинского применения» Министер-

ства здравоохранения Российской Федерации

Страна Россия

Периодичность ежеквартально

Официальный сайт http://journals.regmed.ru



Биопрепараты. Профилактика, диагностика, лечение 2017. № 17). С. 87–94.

## АНАЛИЗ ПОТРЕБНОСТЕЙ В СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА БИОЛОГИЧЕСКИХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ

Климов В. И., Саканян Е. И., Волкова Р. А., Фадейкина О. В., Мовсесянц А. А., Лебединская Е. В., Шестакова А. П.

Оценка качества биологических лекарственных средств (БЛС) связана с рядом особенностей и сложностей, обусловленных вариабельностью биологических систем, оказывающих влияние не только на биологические и иммунологические методы испытаний, но и на использование физических и физико-химических методов. Использование стандартных образцов вносит существенный вклад в совершенствование оценки качества БЛС. Отсутствие некоторых отраслевых стандартных образцов (ОСО) не позволяет стандартизировать соответствующую продукцию, а также оценивать сопоставимость результатов испытаний различных производителей однонаправленной (одноименной) продукции. Первым шагом для формирования национальной базы стандартных образцов лекарственных средств (СО ЛС) является изучение потребностей в СО, предназначенных для оценки качества лекарственных средств (ЛС), в том числе биологических. Результаты анализа номенклатуры СО позволили сделать вывод о том, что действующих ОСО недостаточно для оценки качества существующих БЛС. Специалисты ФГБУ «НЦЭСМП» Минздрава России проводят исследования по разработке новых СО и аттестуют очередные серии существующих ОСО, порядок аттестации которых должен быть закреплен в создающейся нормативно-правовой базе по СО ЛС.

**Ключевые слова:** стандартные образцы, национальный календарь профилактических прививок, календарь профилактических прививок по эпидемическим показаниям, биологические лекарственные средства, перечень жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов (биологических) для медицинского применения на 2017 год

As also a few and a second of the second of

Биопрепараты. Профилактика, диагностика, лечение. 2017. Т. 17.  $\mathbb{N}$  2 (62). С. 110–115.

## ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ УВЕЛИЧЕНИЯ СРОКА ГОДНОСТИ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ИММУНОГЛОБУЛИНА ЧЕЛОВЕКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНТИКОМПЛЕМЕНТАРНОЙ АКТИВНОСТИ

Корнилова О. Г., Кривых М. А., Хуснатдинова Е. А., Коновалова Е. С., Волкова Р. А., Фадейкина О. В., Кудашева Э. Ю., Мовсесянц А. А.

Представлены материалы по изучению стабильности двух серий стандартного образца иммуноглобулина человека для определения антикомплементарной активности (ОСО 42-28-430). Показана стабильность характеристик первой серии стандартного образца иммуноглобулина человека для определения антикомплементарной активности в течение 30 месяцев хранения при температуре (5±3) °C, что позволяет увеличить срок использования стандартного образца с 18 месяцев (первоначальный срок наблюдения) до 30 месяцев хранения с момента первичного установления аттестуемой характеристики при допустимом диапазоне значений для положительного контроля – более 50 %, для отрицательного контроля – менее 50 %. На основании полученных результатов после 18 месяцев использования второй серии стандартного образца проведена его повторная аттестация. Установлен диапазон значений основной аттестованной характеристики: антикомплементарная активность отрицательного контроля составила 41,6±7,2 %, положительного контроля – 75,7±6,8 % при доверительной вероятности 0,95. Срок использования второй серии стандартного образца иммуноглобулина человека для определения антикомплементарной активности (ОСО 42-28-430) продлен до 02.2018 г., что составляет 30 месяцев.

**Ключевые слова:** стандартный образец, препараты иммуноглобулинов человека, антикомплементарная активность, срок использования

JOBANNA ....

Биопрепараты. Профилактика, диагностика, лечение. 2017. Т. 17. № 2 (62). С. 116–121.

### ОСОБЕННОСТИ АТТЕСТАЦИИ И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ТЕСТ-СИСТЕМЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО (АНТИГЕННОГО) СОСТАВА ПРЕПАРАТОВ ИЗ СЫВОРОТКИ КРОВИ ЧЕЛОВЕКА МЕТОДОМ ИММУНОЭЛЕКТРОФОРЕЗА

Корнилова О. Г., Арефьева И. Л., Коновалова Е. С., Волкова Р. А., Фадейкина О. В., Кудашева Э. Ю., Мовсесянц А. А.

Представлены материалы по аттестации новой серии «Стандартного образца тест-системы для определения фракционного (антигенного) состава препаратов из сыворотки крови человека методом иммуноэлектрофореза» ОСО 42-28-77 в соответствии с современными требованиями. В качестве кандидата в стандартный образец использованы серия нормальной сыворотки крови человека для диагностических целей (более 500 доноров) и серия сыворотки для иммуноэлектрофореза против сывороточных белков крови человека (антисыворотка к сывороточным белкам крови человека). В соответствии с Программой аттестации определен фракционный (антигенный) состав кандидата в стандартный образец методом иммуноэлектрофореза с использованием

буфера «КлиниТест-ЭФ» и 0,05 М боратного буферного раствора в режимах, регламентированных ОФС. 1.8.2.0002.15 «Иммуноэлектрофорез в агаровом геле». Компонент стандартного образца «антисыворотка к сывороточным белкам крови человека» в реакции с компонентом стандартного образца «нормальная сыворотка крови человека» выявляет не менее 15 линий преципитации. Показана перспективность применения красителя бромфеноловый синий для оценки миграции альбумина с использованием буфера «КлиниТест-ЭФ», а также красителя пиронин В для оценки миграции иммуноглобулина с использованием буферов «КлиниТест-ЭФ» и 0,05 М боратного. Подтверждены критерии возможности использования аттестованного стандартного образца тест-системы для определения фракционного (антигенного) состава препаратов из сыворотки крови человека методом иммуноэлектрофореза, а также установлены критерии его использования для подтверждения их подлинности (видоспецифичности) не только методом иммуноэлектрофореза, но и методом иммунодиффузии в агаре.

Ключевые слова: стандартный образец тест-системы для определения фракционного (антигенного) состава, препараты крови, препараты иммуноглобулинов человека, иммуноэлектрофорез, иммунодиффузия, подлинность (видоспецифичность), буферный раствор, краситель

Биопрепараты. Профилактика, диагностика, лечение 2017. T. 17. № 1 (61). C. 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

## ■ 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 HOBЫХ 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; 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 10904-2017 СО СВЕРХТВЕРДОГО КОМПОЗИТА МАРКИ МВR5025M (СО МВR5025M)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений твердости по шкалам индентирования при определении режущих свойств сверхтвердого композита марки MBR5025M на основе кубического нитрида бора и наноструктурированной керамической связки методом инструментального индентирования по аттестованным методикам измерений, а также по ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002); калибровки СИ твердости по шкалам индентирования.

**Область применения** — наноиндустрия, нанотехнологии, металлургия, машиностроение, авиакосмическая отрасль, нефтегазовая отрасль, горнодобывающая промышленность, научные исследования, опытно—конструкторские разработки.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — твердость по шкалам индентирования  $(H_{rr})$ , Гпа.

СО представляет собой монолитную пластину по DIN ISO 1832-2017 «Пластины многогранные сменные для режущих инструментов. Обозначение» («Indexable inserts for cutting tools - Designation»), изготовленную из поликристаллического сверхтвердого композита марки MBR5025M на основе кубического нитрида бора и наноструктурированной керамической связки. Поверхность СО отполирована до шероховатости не более 0,08+0,02 Ra. CO поставляется в виде монолитной пластины (для нанотвердомеров зарубежного производства) или в виде монолитной пластины на стандартном держателе (для нанотвердомеров серии «Наноскан» ФГБУН «ТИСНУМ»). На каждый экземпляр СО нанесена лазерная маркировка с указанием индекса СО, номера партии и номера экземпляра CO. CO упакован в прозрачную пластиковую или картонную коробку с этикеткой.

## ГСО 10905-2017 СО СВЕРХТВЕРДОГО КОМПОЗИТА МАРКИ МВR7010M (СО МВR7010M)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений твердости по шкалам индентирования при определении режущих свойств сверхтвердого композита марки MBR7010M на основе кубического нитрида бора и наноструктурированной керамической связки методом инструментального индентирования по аттестованным методикам измерений, а также по ГОСТ Р 8.748—2011 (ИСО 14577—1:2002); калибровки СИ твердости по шкалам индентирования.

**Область применения** — наноиндустрия, нанотехнологии, металлургия, машиностроение, авиакосмическая

отрасль, нефтегазовая отрасль, горнодобывающая промышленность, научные исследования, опытно-конструкторские разработки.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – твердость по шкалам индентирования ( $H_{rr}$ ), Гпа.

СО представляет собой монолитную пластину по DIN ISO 1832-2017 «Пластины многогранные сменные для режущих инструментов. Обозначение» («Indexable inserts for cutting tools - Designation»), изготовленную из поликристаллического сверхтвердого композита марки MBR7010M на основе кубического нитрида бора и наноструктурированной керамической связки. Поверхность СО отполирована до шероховатости не более 0,08+0,02 Ra. CO поставляется в виде монолитной пластины (для нанотвердомеров зарубежного производства) или в виде монолитной пластины на стандартном держателе (для нанотвердомеров серии «Наноскан» ФГБУН «ТИСНУМ»). На каждый экземпляр СО нанесена лазерная маркировка с указанием индекса СО, номера партии и номера экземпляра CO. CO упакован в прозрачную пластиковую или картонную коробку с этикеткой.

## ГСО 10906-2017 СО РУДЫ ХРОМОВОЙ ТИПА ДХ-8 (ИСО Р14д)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений при определении химического состава руды хромовой (ПСТ РК 45–2015 «Руды и концентраты хромовые. Технические условия»). СО может применяться для поверки (калибровки), градуировки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) и градуировки соответствующих СИ.

Область применения — металлургия, машиностроение. Способ аттестации — межлабораторный эксперимент. Аттестованная характеристика CO — массовая доля компонентов, %.

Материал СО приготовлен из руды хромовой типа ДХ-8 в виде порошка крупностью менее 0,045 мм (ГОСТ 15848.0-90); материал расфасован в банки вместимостью 100 см³ с пластмассовой крышкой по (50-200) г.

### ГСО 10907-2017 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ ТВЗТ-80-НС

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле по ГОСТ 6356–75, ГОСТ Р 54279–2010, ГОСТ Р 53717–2009, ГОСТ Р ЕН ИСО 2719–2008, ка-



либровки и аттестации испытательного оборудования температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле; аттестации методик измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле. СО может применяться для поверки СИ температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – температура вспышки в закрытом тигле, °C.

Материал СО представляет собой чистое органическое вещество, расфасованное во флаконы из темного стекла или полимерного материала с уплотнительной крышкой (вместимостью 100 см³, 250 см³, 500 см³). Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см³, 250 см³, 500 см³ для соответствующих флаконов.

### ГСО 10908-2017 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ ТВЗТ-110-НС

СО предназначен для контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле по ГОСТ 6356—75, ГОСТ Р 54279—2010, ГОСТ Р 53717—2009, ГОСТ Р ЕН ИСО 2719—2008, калибровки и аттестации испытательного оборудования температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле; аттестации методик измерений температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле. СО может применяться для поверки СИ температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – температура вспышки в закрытом тигле, °C.

Материал СО представляет собой чистое органическое вещество, расфасованное во флаконы из темного стекла или полимерного материала с уплотнительной крышкой

(вместимостью 100 см³, 250 см³, 500 см³). Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см³, 250 см³, 500 см³ для соответствующих флаконов. ГСО 10909–2017 СО ОБЩЕЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ ВОДЫ (СО МКСО-ПА)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений; контроля точности результатов измерений массовой концентрации сухого и прокаленного остатка в питьевых, природных и очищенных сточных водах, полученных по аттестованным методикам измерений.

**Область применения** — химическая и пищевая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая концентрация остатка после выпаривания, г/дм<sup>3</sup>; массовая концентрация остатка после прокаливания, г/дм<sup>3</sup>.

СО представляет собой водный раствор хлористого калия, упакованный в ампулу или стеклянный флакон вместимостью 5 см<sup>3</sup> или 10 см<sup>3</sup>. Объем материала СО в ампуле или флаконе должен составлять не менее 5 см<sup>3</sup> или 10 см<sup>3</sup>.

## ГСО 10910-2017 СО СОСТАВА ОКСИДА МЕДИ (комплект МОН)

СО предназначены для градуировки СИ при определении состава меди марок МООк, МОк, М1к (ГОСТ 859–2001) спектральными методами по ГОСТ 9717.3–82, ГОСТ 31382–2009 и аттестованным методикам измерений; аттестации методик измерений. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при соотношении погрешностей аттестованных значений СО и погрешности методики измерений не более 1:3.

Область применения – металлургия.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля элементов к меди, %.

СО представляют собой синтезированные смеси оксидов меди и элементов—примесей в виде порошков крупностью около 0,1 мм, расфасованные массой 50 г или 100 г в пластиковые банки. Количество СО в комплекте — 7.

# ГСО 10911-2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ В ДИГИДРАТЕ МОЛИБДАТА НАТРИЯ ( $Na_{2}MoO_{4} \cdot 2H_{2}O$ СО УНИИМ)

**СО предназначен** для калибровки, поверки, испытаний, в том числе в целях утверждения типа СИ содержания воды в твердых веществах и материалах, основанных на использовании термогравиметрического метода; передачи единицы массовой доли воды стандартным образцам массовой доли воды в твердых веществах и материалах методом сравнения; аттестации методик

измерений и контроля точности результатов измерений содержания воды в твердых веществах и материалах термогравиметрическим методом.

**Область применения** – химическая, металлургическая, другие отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика CO – массовая доля воды, %. Материалом CO является реактив дигидрата молибдата натрия с массовой долей основного вещества не менее 99,5 %, представляющий собой белый кристаллический порошок, расфасованный по (5–50) г в стеклянные банки с этикеткой из темного стекла, снабженные герметичными винтовыми крышками. Банка дополнительно помещается в картонную коробку с этикеткой или запаивается во влагонепроницаемый пакет из полиэтилена.

## ГСО 10912-2017 СО МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ (МСВ В)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовых концентраций нитрат—ионов, хлорид—ионов, фторид—ионов, фосфат—ионов, сульфат—ионов, железа общего, взвешенных веществ и сухого остатка в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах. СО может применяться для аттестации методик измерений показателей состава водных объектов. Область применения — охрана окружающей среды, контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая концентрация ионов, мг/дм<sup>3</sup>; массовая концентрация железа общего, мг/дм<sup>3</sup>; массовая концентрация взвешенных частиц, мг/дм<sup>3</sup>.

Материалом СО является смесь неорганических веществ. При растворении материала, содержащегося в одном экземпляре СО, в 1 дм³ дистиллированной воды получают раствор, содержащий взвешенные вещества, с массовыми концентрациями компонентов, соответствующими аттестованным значениям СО. Материал СО высушен при 110 °С до постоянной массы и расфасован в пакеты из кальки, запаянные в полиэтилен. Масса сухого материала СО в одном экземпляре составляет (250±3) мг.

# ГСО 10913-2017/ГСО 10915-2017 СО ОТКРЫТОЙ ПОРИСТОСТИ И ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ ГОРНЫХ ПОРОД (Набор ОПГП СО ГЕОЛОГИКА)

**СО предназначены** для контроля точности результатов измерений коэффициента открытой пористости и коэффициента газопроницаемости горных пород, выполняе-

мых по аттестованным и стандартизованным методикам измерений, в том числе ГОСТ 26450.2—85. СО могут применяться для поверки и калибровки СИ открытой пористости и газопроницаемости при условии их соответствия требованиям методик поверки и калибровки.

**Область применения** – нефтехимическая промышленность, геология.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** – коэффициент открытой пористости, %; коэффициент газопроницаемости, 10<sup>-3</sup> мкм<sup>2</sup>(мД).

Материалом СО являются цилиндрические образцы диаметром ( $30,0\pm0,2$ ) мм и длиной ( $60,0\pm0,2$ ) мм, изготовленные из песчаника Огайо (Ohio), фирмы «Kocurek Industries, Inc.». На боковую поверхность СО нанесен индекс экземпляра СО. Экземпляры СО помещены в ячейки прозрачного кейса из поликарбоната. В набор ОПГП СО ГЕОЛОГИКА входят три типа СО с индексами: ОПГП СО—1 ГЕОЛОГИКА; ОПГП СО—2 ГЕОЛОГИКА; ОПГП СО—3 ГЕОЛОГИКА.

# ГСО 10916-2017 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ – ИМИТАТОР ПРИРОДНОГО ГАЗА (ИПГ-МГПЗ-1)

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, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами. Область применения — газовая и химическая промышленность.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — молярная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь. Смесь находится под давлением (1–10) МПа в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411–001–20810646–2015, ТУ 1411–016–03455343–2004, ТУ 1411–017–03455343–2004, в баллонах из алюминиевого сплава фирмы Luxfer или в аналогичных баллонах вместимостью (1–50) дм³. Баллоны должны быть оборудованы вентилями из латуни или нержавеющей стали.

## ГСО 10917-2017 СО МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА ВОДЫ ПРИРОДНОЙ (МСВ AL)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовых концентраций нитрат—ионов, хлорид—ионов, фосфат—ионов, железа общего и алюминия



в питьевых, природных поверхностных и очищенных сточных водах. СО может применяться для аттестации методик измерений показателей состава вод.

**Область применения** — охрана окружающей среды, контроль качества питьевой воды, природных поверхностных и очищенных сточных вод.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный. Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация нитрат-ионов; хлорид-ионов; фосфат-ионов; железа общего; алюминия, мг/дм<sup>3</sup>.

Материалом СО является смесь неорганических веществ. При растворении материала, содержащегося в одном экземпляре СО, в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды получают раствор с массовыми концентрациями компонентов, соответствующими аттестованным значениям СО. Материал СО высушен при 105°С до постоянной массы и расфасован в пакеты из кальки, запаянные в полиэтилен. Масса сухого материала СО в одном экземпляре составляет (250±3) мг.

## ГСО 10918-2017 СО ФЕРРОМАРГАНЦА УГЛЕРОДИСТОГО ТИПА ФМн78Б (ИСО Ф7д)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений при определении химического состава ферромарганца углеродистого (ГОСТ 4755—91). СО может применяться для поверки (калибровки), градуировки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) и градуировки соответствующих СИ.

**Область применения** — металлургия, машиностроение. **Способ аттестации** — межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** — массовая доля элементов. %.

Материал СО приготовлен из ферромарганца углеродистого типа ФМн78Б в виде порошка крупностью менее 0,12 мм (ГОСТ 24991–81), расфасован в банки вместимостью 100 см<sup>3</sup> с пластмассовой крышкой по (50–300) г.

## ГСО 10919-2017 СО СТАЛИ ЛЕГИРОВАННОЙ ТИПА 31X19Н9МВБТ (ИСО С40e)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений при определении химического состава сталей легированных (ГОСТ 5632–2014). СО может применяться для поверки (калибровки), градуировки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) и градуировки соответствующих СИ.

**Область применения** — металлургия, машиностроение. **Способ аттестации** — сравнение с CO. **Аттестованная характеристика СО** — массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из стали легированной типа 31X19H9MBБТ в виде неокисленной стружки толщиной не более 0,4 мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009), расфасован в банки вместимостью 100 см<sup>3</sup> с пластмассовой крышкой по (50–300) г.

### ГСО 10920-2017 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕКОМБИНАНТНОГО ТОКСИНА CLOSTRIDIUM DIFFICILE В ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ БУФЕРЕ

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой концентрации рекомбинантного токсина Clostridium difficile. СО может использоваться для поверки и калибровки анализаторов биомолекулярных при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик поверки, калибровки СИ; детектирования антител в составе биохимических тест—систем идентификации патогенных биологических агентов в качестве реагента при иммуноферментных анализах.

**Область применения** — здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, научно—исследовательская деятельность, сельскохозяйственная и промышленная биотехнологии, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора).

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика CO — массовая концентрация рекомбинантного токсина Clostridium difficile в физиологическом буфере, нг/мкл. Материал CO представляет собой прозрачную бесцветную жидкость, содержащую рекомбинантный токсин Clostridium difficile в физиологическом буфере. Материал CO расфасован в пробирки типа эппендорф емкостью 1,5 мл, помещенные в футляры, устройство которых предохраняет CO от резких ударов и загрязнения.

# ГСО 10921-2017 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕКОМБИНАНТНОГО БЕЛКА GP ВИРУСА ЗБОЛА В ФОСФАТНО-СОЛЕВОМ РАСТВОРЕ

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации рекомбинантного белка GP вируса Эбола и аттестации методик измерений, основанных на методе иммуноферментного количественного определения вируса Эбола в системе «Моноклон-Био» или в тест-системах аналогичной направленности. СО может применяться: для создания положительного контрольного образца (ПКО) при выявлении вируса Эбола в пробах различного происхождения; для поверки и калибровки анализаторов

биохимических при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки СИ.

**Область применения** — здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, научно-исследовательская деятельность, сельскохозяйственная и промышленная биотехнологии, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора).

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** – массовая концентрация рекомбинантного белка GP вируса Эбола в фосфатно-солевом растворе, нг/мл.

Материал СО представляет собой прозрачную бесцветную жидкость в объеме 300 мкл, содержащую рекомбинантный белок GP (гликопротеины) вируса Эбола в фосфатно-солевом растворе, разлитую в криопробирки вместимостью 1,5 мл, установленные в штатив с крышкой.

### ГСО 10922-2017 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ PEKOMБИНАНТНОГО ПРОТЕКТИВНОГО АНТИГЕНА BACILLUS ANTHRACIS В ФОСФАТНО-СОЛЕВОМ PACTBOPE

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой концентрации рекомбинантного протективного антигена Bacillus anthracis и аттестации методик измерений, основанных на методе иммуноферментного количественного определения антигена Bacillus anthracis в системе «Моноклон-Био» или в тест-системах аналогичной направленности. СО может применяться: для создания положительного контрольного образца (ПКО) при выявлении антигена Ba-cillus anthracis в пробах различного происхождения; для поверки и калибровки анализаторов биохимических при соответствии метрологических и технических характеристик СО требованиям методик поверки и калибровки СИ.

**Область применения** — здравоохранение, ветеринария, охрана окружающей среды, научно-исследовательская деятельность, сельскохозяйственная и промышленная биотехнологии, осуществление мероприятий государственного контроля (надзора).

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая концентрация рекомбинантного протективного антигена Bacillus anthracis в фосфатно—солевом растворе, нг/мл.

СО представляет собой прозрачную бесцветную жидкость в объеме 300 мкл, содержащую рекомбинантный протективный антиген вируса Bacillus anthracis в фосфатно-солевом буфере, разлитую в пробирки вместимостью 1,5 мл, установленные в штатив с крышкой.

### ГСО 10923-2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ДИЗЕЛЬНОМ ТОПЛИВЕ (СО АУДТ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли ароматических углеводородов в дизельном топливе и в средних дистиллятах, выполняемых по ГОСТ Р ЕН 12916–2008 и ГОСТ ЕN 12916–2012. СО могут применяться для поверки, калибровки и градуировки СИ массовой доли ароматических углеводородов в дизельном топливе и в средних дистиллятах при условии соответствия требованиям условий методик поверки, калибровки.

**Область применения** — нефтехимическая и автомобильная промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент. Аттестованная характеристика СО – массовая доля моноароматических углеводородов (МАУ); диароматических углеводородов (ДАУ); три+ароматических угле-

ческих углеводородов (дау), три ароматических углеводородов (Т+АУ); полициклических ароматических углеводородов (ПОЛИ–АУ); суммарная массовая доля ароматических углеводородов (МАУ, ДАУ, Т+АУ), %.

СО представляет собой смесь орто–ксилола, нафталина, фенантрена и пирена с очищенным дизельным топливом по ГОСТ 32511–2013, упакованную в ампулу или стеклянный флакон закрытый уплотнительной пробкой и крышкой с этикеткой вместимостью 3 см³, 5 см³, 10 см³ или 30 см³. Объем материала СО в ампуле или флаконе должен составлять не менее 3 см³, 5 см³, 10 см³ или 30 см³, соответственно.

### ГСО 10924-2017/ГСО 10927-2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА ГЕРМАНИЯ (набор Ge)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации германия; калибровки и поверки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

**Область применения** – химическая промышленность, научные исследования.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля германия, мг/кг; массовая концентрация германия, мг/дм<sup>3</sup>.



СО представляет собой раствор металлического германия или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в смеси кислот (HNO $_3$ ; HF). СО расфасован в полимерные бутылки с этикеткой номинальной вместимостью из ряда: 8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500 (см $^3$ ). Количество типов СО в наборе – 4.

### ГСО 10928-2017 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВОТ-80-НС)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле по ГОСТ 4333—2014 (ISO 2592:2000), аттестации испытательного оборудования температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле; аттестации методик измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле. СО может применяться для испытаний, поверки и калибровки СИ температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — температура вспышки в открытом тигле, °C.

Материал СО представляет собой индивидуальное органическое вещество, расфасованное во флаконы из темного стекла или полимерного материала с уплотнительной крышкой (вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup>). Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см<sup>3</sup>, 250 см<sup>3</sup>, 500 см<sup>3</sup> для соответствующих флаконов.

### ГСО 10929-2017 СО ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ (ТВОТ-110-НС)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле по ГОСТ 4333—2014 (ISO 2592:2000), аттестации испытательного оборудования температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле; аттестации методик измерений температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле. СО может применяться для испытаний, поверки и калибровки СИ температуры вспышки нефтепродуктов в открытом тигле, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям

процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – охрана окружающей среды, нефтеперерабатывающая промышленность.

**Способ аттестации** — межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** — температура вспышки в открытом тигле, °C.

Материал СО представляет собой индивидуальное органическое вещество, расфасованное во флаконы из темного стекла или полимерного материала с уплотнительной крышкой (вместимостью 100 см³, 250 см³, 500 см³). Объем содержимого отдельного флакона должен составлять не менее 100 см³, 250 см³, 500 см³ для соответствующих флаконов.

# ГСО 10930-2017/ГСО 10933-2017 СО СОСТАВА УГЛЯ БУРОГО ПАВЛОВСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ (набор УБ-1 СО МИСиС)

**СО предназначены** для контроля точности результатов измерений зольности и массовой доли германия в углях. **Область применения** — угольная, химическая промышленность.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** – массовая доля германия, ppm (мкг/г); зольность, %.

СО изготовлены из угля бурого Павловского месторождения в виде порошка с размерами частиц не более 0,2 мм, расфасованного по (30–50) г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые банки. В набор УБ–1 СО МИСиС входят четыре типа СО с индексами: УБ–1–1 СО МИСиС; УБ–1–2 СО МИСиС; УБ–1–3 СО МИСиС; УБ–1–4 СО МИСиС.

### ГСО 10934-2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ НАТРИЯ И ХЛОРА В ТВЕРДОЙ МАТРИЦЕ (NaCI-TM CO УНИИМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли натрия и / или хлора в твердых и жидких веществах и материалах, в том числе методами неразрушающего контроля. СО может применяться для испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа, для поверки, калибровки СИ при условии его соответствия требованиям методик поверки, калибровки.

**Область применения** – охрана окружающей среды, химическая промышленность.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля натрия, %; массовая доля хлора, %.

СО представляет собой диск диаметром от 20 мм до 40 мм, высотой (4,5±0,5) мм, изготовленный прессованием из ре-

актива натрия хлористого. Экземпляр СО помещен в полиэтиленовый пакет и пластмассовый контейнер с этикеткой.

## ГСО 10935-2017 СО ОКИСЛИТЕЛЬНОЙ СТАБИЛЬНОСТИ ДИСТИЛЛЯТНЫХ ТОПЛИВ (СО ОСДТ-ПА)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений окислительной стабильности дистиллятных топлив по ГОСТ Р ЕН ИСО 12205—2007.

**Область применения** — нефтехимическая и автомобильная промышленность.

**Способ аттестации** — межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** — массовая концентрация нерастворимых веществ (общее количество нерастворимых веществ), г/м<sup>3</sup>.

СО представляет собой дизельное топливо по ГОСТ Р 52368–2005, сорт С, упакованное в стеклянный флакон с этикеткой вместимостью 1 дм³, закрытый уплотнительной пробкой и крышкой. Объем материала СО во флаконе должен составлять не менее 1 дм³.

### ГСО 10936-2017/ГСО 10939-2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА ЖЕЛЕЗА (набор Fe)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации железа; калибровки и поверки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля железа, мг/кг; массовая концентрация железа, мг/дм $^3$ .

СО представляет собой раствор металлического железа или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в азотной кислоте. СО расфасован в полимерные бутылки с этикеткой номинальной вместимостью из ряда: 8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500 (см³). Количество типов СО в наборе – 4.

## ГСО 10940-2017/ГСО 10943-2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА МЕДИ (набор Сu)

**СО предназначены** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой

доли и (или) массовой концентрации меди; калибровки и поверки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения — научные исследования.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля меди, мг/кг; массовая концентрация меди, мг/дм<sup>3</sup>.

СО представляет собой раствор металлической меди или ее соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в азотной кислоте. СО расфасован в полимерные бутылки с этикеткой номинальной вместимостью из ряда: 8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500 (см³). Количество типов СО в наборе – 4.

### ГСО 10944-2017/ГСО 10947-2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА ХРОМА (набор Cr)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации хрома; калибровки и поверки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля хрома, мг/кг; массовая концентрация хрома, мг/дм<sup>3</sup>.

СО представляет собой раствор металлического хрома или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в смеси кислот (HNO $_3$ , HF, HCI). СО расфасован в полимерные бутылки с этикеткой номинальной вместимостью из ряда: 8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500 (см $^3$ ). Количество типов СО в наборе — 4.

## ГСО 10948-2017/ГСО 10951-2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА КОБАЛЬТА (набор Со)

**СО предназначены** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой



доли и (или) массовой концентрации кобальта; калибровки и поверки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – научные исследования.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика **CO** — массовая доля кобальта, мг/кг; массовая концентрация кобальта, мг/дм<sup>3</sup>. СО представляет собой раствор металлического кобальта или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в азотной кислоте. СО расфасован в полимерные бутылки с этикеткой номинальной вместимостью из ряда: 8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500 (см<sup>3</sup>). Количество типов CO в наборе — 4.

### ГСО 10952-2017/ГСО 10955-2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА МАРГАНЦА (набор Mn)

СО предназначены для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли и (или) массовой концентрации марганца; калибровки и поверки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; аттестации эталонов единиц величин; контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа; другие виды метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика **CO** – массовая доля марганца, мг/кг; массовая концентрация марганца, мг/дм<sup>3</sup>. СО представляет собой раствор металлического марганца или его соединений (с массовой долей основного компонента не менее 99,9 %) в азотной кислоте. СО расфасован в полимерные бутылки с этикеткой номинальной вместимостью из ряда: 8; 10; 15; 30; 50; 60; 100; 125; 175; 200; 250; 500 (см<sup>3</sup>). Количество типов CO в наборе – 4.

## ГСО 10956-2017 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ГЕПТАНА В НОНАНЕ (СО ГН – ХРОМАТЭК)

**СО предназначен** для контроля точности результатов измерений массовой концентрации гептана в нонане

методом газовой хроматографии; калибровки и градуировки газовых хроматографов. СО может применяться для поверки газовых хроматографов при условии его соответствия требованиям методики поверки.

**Область применения** — химическая промышленность, нефтяная, нефтеперерабатывающая и газовая промышленность, охрана окружающей среды, научные исследования.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая концентрация гептана в нонане, мг/см<sup>3</sup>.

СО представляет собой раствор гептана в нонане, расфасованный по 1,5 см³ во флаконы с герметично закрывающейся крышкой, или в запаянные стеклянные ампулы. На флакон или ампулу нанесена маркировка, идентифицирующая стандартный образец. Флакон (ампула) упакован в полиэтиленовый пакет с замком Zip—Lock, с этикеткой.

## ГСО 10957-2017 СО МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ (ПРОЧНОСТИ НА РАСТЯЖЕНИЕ) СТАЛИ МАРКИ 20

СО предназначен для контроля точности результатов измерений предела прочности (временного сопротивления), пластичности (относительного удлинения после разрыва) по ГОСТ 1497—84 стали марки 20, аттестации методик измерений механических свойств (прочности на растяжение) стали марки 20, калибровки СИ, а также для других видов метрологического контроля. СО может применяться для проведения межлабораторных сличительных испытаний.

**Область применения** — металлургия, машиностроение, измерения физических свойств, обязательная сертификация продукции и услуг, федеральный государственный метрологический надзор.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** – предел прочности (временное сопротивление), H/мм<sup>2</sup>; пластичность (относительное удлинение после разрыва), %.

СО представляет собой мерную заготовку, изготовленную из проката сортового стального горячекатаного круглого по ГОСТ 2590–2006 из стали марки 20 по ГОСТ 1050–2013, размером (12x70) мм или размером (12x95) мм. Два экземпляра СО помещены в полиэтиленовый пакет.

# ГСО 10958-2017/ГСО 10974-2017 СО АКТИВНОСТИ РАДИОНУКЛИДА В КОМПОЗИТНОМ МАТЕРИАЛЕ НА ОСНОВЕ ПЛАСТИЧЕСКИХ МАСС (набор – РАДЗК)

**СО предназначены** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений активности радионуклидов. СО может использоваться для калибровки

и поверки, контроля метрологических характеристик СИ при проведении испытаний, в том числе в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в соответствующих документах; других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – экологический мониторинг, приборостроение, охрана окружающей среды, пищевая промышленность, сельскохозяйственная промышленность, химическая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный. Аттестованная характеристика СО – активность радио-

нуклида. Бк.

СО представляет собой композитный материал на основе пластических масс, отвечающий требованиям ГОСТ 24888-81 активированный раствором радионуклида, размещенный в герметичном контейнере с этикеткой, упакованном в картонную коробку. Количество типов СО в наборе – 17.

### ГСО 10975-2017 СО СОСТАВА ФЕРРОВАНАДИЯ МАРКИ ФВд50У0,5 (ФВд9)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли алюминия в феррованадии марки ФВд50У0,5 титриметрическим и рентгеноспектральным методами. СО может использоваться для аттестации СО, градуировки, поверки и калибровки СИ при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки и калибровки соответствующих СИ.

Область применения - металлургия, химическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля алюминия, %.

СО представляет собой порошок феррованадия марки ФВд50У0,5 по ГОСТ 27130-94, ТУ 0853-043-00186341-2005, упакованный в стеклянные банки с завинчивающимися крышкам и этикетками, масса материала в банке не менее 250 г.

### ГСО 10976-2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ (AQUASTAR™ WATER STANDARD 1 % MERCK)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, полученных методами кулонометрического и волюмометрического титрования по Карлу Фишеру; передача размера единицы массовой доли воды СО, химическим

реактивам, веществам и материалам методом сравнения. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ, программах испытаний.

Область применения – фармацевтическая промышленность, нефтегазовая промышленность, научные исследования, лабораторные исследования, пищевая, косметическая, лакокрасочная, химическая и другие отрасли промышленности, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – применение аттестованных методик

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля воды, %; мг/г.

Материал СО представляет собой жидкое бесцветное органическое вещество (1-Метокси-2-пропанол) расфасованное по 8 см<sup>3</sup> в запаянные стеклянные ампулы, помещенные в плотно закрывающийся оригинальный контейнер с этикеткой.

### ГСО 10977-2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ (AQUASTAR™ WATER STANDARD 0,01 % MERCK)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, полученных методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру; передачи размера единицы массовой доли воды стандартным образцам, химическим реактивам, веществам и материалам методом сравнения. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ, программах испытаний.

Область применения – фармацевтическая промышленность, нефтегазовая промышленность, научные исследования, лабораторные исследования, пищевая, косметическая, лакокрасочная, химическая и другие отрасли промышленности, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля воды, %: мг/г.

Материал СО представляет собой жидкое бесцветное органическое вещество (ксилол или смесь изомеров ксилола), расфасованное по 8 см<sup>3</sup> в запаянные стеклянные ампулы, помещенные в плотно закрывающийся оригинальный контейнер с этикеткой.

## ГСО 10978-2017 CO MACCOBOЙ ДОЛИ ВОДЫ (AQUASTAR™ WATER STANDARD 0,1 % MERCK)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, полученных методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру; передачи размера единицы массовой доли воды стандартным образцам, химическим реактивам, веществам и материалам методом сравнения. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ, программах испытаний.

Область применения — фармацевтическая промышленность, нефтегазовая промышленность, научные исследования, лабораторные исследования, пищевая, косметическая, лакокрасочная, химическая и другие отрасли промышленности, испытания и контроль качества продукции.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля воды, %: мг/г.

Материал СО представляет собой жидкое бесцветное органическое вещество (1–Метокси–2–пропанол), расфасованное по 8 см³ в запаянные стеклянные ампулы, помещенные в плотно закрывающийся оригинальный контейнер с этикеткой.

## ГСО 10979-2017 СО MACCOBOЙ ДОЛИ ВОДЫ (AQUASTAR™ SODIUM TARTRATE DIHYDRATE MERCK)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, полученных методом волюмометрического титрования по Карлу Фишеру; передачи размера единицы массовой доли воды стандартным образцам, химическим реактивам, веществам и материалам методом сравнения. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ, программах испытаний.

**Область применения** — фармацевтическая промышленность, нефтегазовая промышленность, научные исследования, лабораторные исследования, пищевая, косметическая, лакокрасочная, химическая и другие отрасли промышленности, испытания и контроль качества продукции.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика **CO** – массовая доля воды, %. Материал CO представляет собой порошок белого цвета (натрия тартрат дигидрат), расфасованный по 100 г в герметично закрывающиеся пластиковые бутылки, на которые наклеены этикетки.

## ГСО 10980-2017 СО MACCOBOЙ ДОЛИ ВОДЫ (AQUASTAR™ LACTOSE STANDARD 5 % MERCK)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, полученных методами кулонометрического и волюмометрического титрования по Карлу Фишеру, а также методами кулонометрического и волюметрического титрования по Карлу Фишеру с пробоподготовкой в печи; передачи размера единицы массовой доли воды стандартным образцам, химическим реактивам, веществам и материалам методом сравнения; СО может быть использован при поверке, калибровке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ, программах испытаний.

**Область применения** — фармацевтическая промышленность, нефтегазовая промышленность, научные исследования, лабораторные исследования, пищевая, косметическая, лакокрасочная, химическая и другие отрасли промышленности, испытания и контроль качества продукции.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика **CO** – массовая доля воды, %. Материал **CO** представляет собой твердое органическое вещество белого цвета (лактозы моногидрат). Материал **CO** расфасован по 10 г в герметично закрывающиеся пластиковые бутылки, на которые наклеены этикетки.

# ГСО 10981-2017 СО MACCOBOЙ ДОЛИ ВОДЫ (AQUASTAR™ WATER STANDARD OIL (15-30 ppm) MERCK)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, полученных методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру; передачи размера единицы массовой доли воды стандартным образцам, химическим реактивам, веществам и материалам методом сравнения. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ, программах испытаний.

**Область применения** — фармацевтическая промышленность, нефтегазовая промышленность, научные исследования, лабораторные исследования, пищевая, косметическая, лакокрасочная, химическая и другие отрасли промышленности, испытания и контроль качества продукции.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика **CO** – массовая доля воды, %. Материал CO представляет собой трансформаторное масло, расфасованное по 8 см<sup>3</sup> в запаянные стеклянные ампулы, помещенные в плотно закрывающийся оригинальный контейнер с этикеткой.

## ГСО 10982-2017 CO MACCOBOЙ ДОЛИ ВОДЫ (AQUASTAR™ WATER STANDARD OVEN 1 % MERCK)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли воды, полученных методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру, а также методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру с пробоподготовкой в печи; передачи размера единицы массовой доли воды стандартным образцам, химическим реактивам, веществам и материалам методом сравнения. СО может быть использован при поверке, калибровке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки СИ, программах испытаний.

**Область применения** — фармацевтическая промышленность, нефтегазовая промышленность, научные исследования, лабораторные исследования, пищевая, косметическая, лакокрасочная, химическая и другие отрасли промышленности, испытания и контроль качества продукции.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля воды, %: мг/г.

Материал СО представляет собой твердое вещество белого цвета, смесь неорганических соединений (натрия вольфрамат дигидрат, калия сульфат). Материал СО расфасован по 5 г в герметично закрывающиеся стеклянные бутылки, на которые наклеены этикетки.

### ГСО 10983-2017/ГСО 10990-2017 СО СОСТАВА АЛЮМИНИЯ (набор VSA5)

**СО предназначены** для градуировки СИ, применяемых при определении состава алюминия высокой чистоты марок A99, A98, A97, A95, алюминия технической чистоты A85, A8, A7, A7E, A79, A6, A5E, A5, A35, A0 (ГОСТ 11069–2001),

сплавов алюминиевых деформируемых марок АД000, АД00, АД0, АД1, АД, АД1пл (ГОСТ 4784–97), а также алюминиевого сплава системы алюминий—магний АМг0,5 (ГОСТ 4784–97) спектральными методами; аттестации методик измерений состава алюминия. СО могут применяться 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 алюминия марки А95 и А99 (ГОСТ 11069–2001) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе алюминия. СО представляют собой цилиндры диаметром (55±2) мм и (45±2) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в пластмассовую тару, на которую наклеена этикетка. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. СО в виде стружки расфасованы в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 8.

### ГСО 10991-2017 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СВИНЦА В ТВЕРДОЙ МАТРИЦЕ (РЬ-ТМ СО УНИИМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений и аттестации методик измерений массовой доли свинца в твердых и жидких веществах и материалах, в том числе методами неразрушающего контроля. СО может применяться для испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа, для поверки, калибровки СИ при условии его соответствия требованиям методик поверки, калибровки.

**Область применения** – охрана окружающей среды, химическая, горнодобывающая промышленность.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля свинца, %.

СО представляет собой диск диаметром от 20 мм до 40 мм, высотой (4,5±0,5) мм, изготовленный прессованием из смеси свинца (II) азотнокислого и борной кислоты. Экземпляр СО помещен в полиэтиленовый пакет и пластмассовый контейнер с этикеткой.

## ГСО 10992-2017 СО СОСТАВА РАСТВОРА БИХРОМАТА КАЛИЯ (0,1 М K,Cr,O, СО УНИИМ)

**СО предназначен** для передачи единицы массовой (молярной) концентрации компонента СО и химическим



реактивам по реакции окисления—восстановления; поверки, калибровки СИ, контроля метрологических характеристик при проведении испытаний СИ, в том числе в целях утверждения типа; градуировки СИ; аттестации методик измерений, контроля точности результатов измерений массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах.

**Область применения** – химическая промышленность, охрана окружающей среды, металлургия.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** – молярная концентрация бихромата калия, моль/дм<sup>3</sup>. СО представляет собой водный раствор бихромата калия высокой чистоты.

СО поставляются в пластиковых флаконах вместимостью 100 см<sup>3</sup> или 250 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой и этикеткой. Каждый флакон дополнительно изолируется парафином.

# ГСО 10993-2017 СО СРЕДНЕГО ДИАМЕТРА ПОР НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (D-AI,O, СО УНИИМ)

СО предназначен для калибровки СИ и контроля точности результатов измерений среднего диаметра пор нанопористых материалов. СО может применяться для поверки СИ и аттестации методик измерений среднего диаметра пор нанопористых материалов, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа и для других видов метрологического контроля при соответствии его метрологических характеристик установленным требованиям. Область применения — химическая промышленность, научные исследования, наноиндустрия.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – средний диаметр пор 4V/S, нм.

Материал СО представляет собой измельченный нанопористый оксид алюминия, отвечающий требованиям ТУ 2163—015—94262278—2009. СО расфасован по 5 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 10994-2017 СО УДЕЛЬНОЙ АДСОРБЦИИ АЗОТА НАНОПОРИСТЫМ ОКСИДОМ АЛЮМИНИЯ (A-AI,O, CO УНИИМ)

**СО предназначен** для калибровки СИ и контроля точности результатов измерений удельной адсорбции азота в нанопористом материале. СО может применяться для поверки СИ и аттестации методик измерений удельной адсорбции нанопористых материалов, испытаний СИ

и СО в целях утверждения типа и для других видов метрологического контроля при соответствии его метрологических характеристик установленным требованиям. **Область применения** — химическая промышленность, научные исследования, наноиндустрия.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** – удельная адсорбция азота, А, моль/кг при P/P<sub>a</sub>=0,10; 0,20; 0,30; 0,99.

Материал СО представляет собой измельченный нанопористый оксид алюминия, отвечающий требованиям ТУ 2163–015–94262278–2009. СО расфасован по 5 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 10995-2017 СО УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (S-Al<sub>o</sub>o CO униим)

СО предназначен для калибровки СИ и контроля точности результатов измерений удельной поверхности нанопористых материалов. СО может применяться для поверки СИ и аттестации методик измерений удельной поверхности нанопористых материалов, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа и для других видов метрологического контроля при соответствии его метрологических характеристик установленным требованиям. Область применения — химическая промышленность, научные исследования, наноиндустрия.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — удельная поверхность (БЭТ), S,  $M^2/\Gamma$ .

Материал СО представляет собой измельченный нанопористый оксид алюминия, отвечающий требованиям ТУ 2163—015—94262278—2009. СО расфасован по 5 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

## ГСО 10996-2017 СО УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА ПОР НАНОПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ (V-AI,O, CO УНИИМ)

СО предназначен для калибровки СИ и контроля точности результатов измерений удельного объема пор нанопористых материалов. СО может применяться для поверки СИ и аттестации методик измерений удельного объема пор нанопористых материалов, испытаний СИ и СО в целях утверждения типа и для других видов метрологического контроля при соответствии его метрологических характеристик установленным требованиям. Область применения — химическая промышленность, научные исследования, наноиндустрия.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика **CO** – удельный объем пор, V, см<sup>3</sup>/г. Материал CO представляет собой измельченный нанопористый оксид алюминия, отвечающий требованиям TV 2163—015—94262278—2009. CO расфасован по 5 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 10997-2017 СО ПРЕОБЛАДАЮЩЕГО ДИАМЕТРА ПОР НАНОПОРИСТОГО ЦЕОЛИТА (D-Zeolite CO УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений преобладающего диаметра пор в нанопористых цеолитах. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно. Область применения — химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — преобладающий диаметр пор, нм.

СО представляет собой порошок цеолита производства фирмы Sigma Aldrich (США) (химическая формула  $Na_{86}$  [( $AIO_2$ ) $_{86}$  ( $SiO_2$ ) $_{106}$ ]·  $xH_2$ O), расфасованный по 3 г в банки с завинчивающимися крышками.

### ГСО 10998-2017 СО УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ НАНОПОРИСТОГО ЦЕОЛИТА (S-Zeolite CO УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной поверхности в нанопористых цеолитах. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно. Область применения — химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — удельная поверхность,  $M^2/\Gamma$ .

СО представляет собой порошок цеолита производства фирмы Sigma Aldrich (США) (химическая формула  $Na_{86}$  [( $AIO_2$ ) $_{86}$  ( $SiO_2$ ) $_{106}$ ]·  $xH_2$ О), расфасованный по 3 г в банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 10999-2017 СО УДЕЛЬНОЙ АДСОРБЦИИ АРГОНА НАНОПОРИСТЫМ ЦЕОЛИТОМ (A-Zeolite CO УНИИМ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной ад-

сорбции аргона в нанопористых цеолитах. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно. Область применения — химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика  ${\bf CO}$  — удельная адсорбция аргона при температуре жидкого аргона в диапазоне относительных давлений P/P $_{\rm o}$  от 1,0·10<sup>-6</sup> до 1,0·10<sup>-1</sup>, моль/кг. СО представляет собой порошок цеолита производства фирмы Sigma Aldrich (США) (химическая формула Na $_{86}$  [( ${\rm AIO}_{_2}$ ) $_{86}$  ( ${\rm SiO}_{_2}$ ) $_{106}$ ]· хH $_{_2}$ О), расфасованный по 3 г в банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 11000-2017 СО УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА ПОР НАНОПОРИСТОГО ЦЕОЛИТА (V-Zeolite CO УНИИМ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельного объема пор в нанопористых цеолитах. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно. **Область применения** — химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — удельный объем пор. см<sup>3</sup>/г.

СО представляет собой порошок цеолита производства фирмы Sigma Aldrich (США) (химическая формула  $Na_{86}$  [( $AIO_2$ )<sub>86</sub> ( $SiO_2$ )<sub>106</sub>]·  $xH_2$ О), расфасованный по 3 г в банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 11001-2017 СО СРЕДНЕГО ДИАМЕТРА ПОР НАНОПОРИСТОГО УГЛЕРОДА (D-С СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений среднего диаметра пор технического углерода. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно. Область применения — химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.



**Аттестованная характеристика СО** — средний диаметр пор. нм.

СО представляет собой порошок технического углерода, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 11002-2017 СО УДЕЛЬНОЙ АДСОРБЦИИ АЗОТА НАНОПОРИСТЫМ УГЛЕРОДОМ (A-C СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной адсорбции азота при температуре жидкого азота и заданных относительных давлениях в техническом углероде. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно.

**Область применения** – химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** — использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика  ${\bf C0}$  — удельная адсорбция азота при температуре жидкого азота в диапазоне относительных давлений  ${\bf P/P_o}$  от  ${\bf 0.5\cdot 10^{-3}}$  до  ${\bf 0.992}$ , моль/кг. СО представляет собой порошок технического углерода, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 11003-2017 СО УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ НАНОПОРИСТОГО УГЛЕРОДА (S-C СО УНИИМ)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельной поверхности технического углерода. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно. Область применения — химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — удельная поверхность,  $M^2/\Gamma$ .

СО представляет собой порошок технического углерода, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

# ГСО 11004-2017 СО УДЕЛЬНОГО ОБЪЕМА ПОР НАНОПОРИСТОГО УГЛЕРОДА (V-С СО УНИИМ)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений удельного

объема пор технического углерода. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии соответствия его требованиям методик поверки, калибровки, программ испытаний СИ в целях утверждения типа, соответственно.

**Область применения** — химическая промышленность, наноиндустрия, научные исследования.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин.

**Аттестованная характеристика СО** — удельный объем пор, см<sup>3</sup>/г.

СО представляет собой порошок технического углерода, расфасованный по 4 г в стеклянные банки с завинчивающимися крышками.

### ГСО 11005-2017 СО СОСТАВА ЦИРКОНИЯ НА СОДЕРЖАНИЕ АЗОТА

СО предназначен для оперативного контроля точности измерений содержания азота в цирконии и его сплавах в соответствии с методикой измерений ОИ 001.490—2000 «Кислород, азот. Методика выполнения измерений массовых долей в редких, тугоплавких металлах методом восстановительного плавления», для градуировки анализаторов «Leco» в соответствии с ОИ 001.490—2000, для аттестации методик измерений массовой доли азота. Область применения — цветная металлургия.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика CO – массовая доля азота, %. CO представляет собой кусочки проволоки из сплава циркония диаметром от 2,6 мм до 2,8 мм, помещенные в стеклянные банки с герметично закрывающимися крышками и запаянными в полиэтиленовые пакеты.

### ГСО 11006-2017 СО СОСТАВА ЦИРКОНИЯ НА СОДЕРЖАНИЕ ВОДОРОДА

СО предназначен для оперативного контроля точности измерений содержания водорода в цирконии и его сплавах в соответствии с методикой измерений ОИ 001.489—2006 «Водород. Методика выполнения измерений массовой доли в тугоплавких металлах методом высокотемпературной экстракции», для градуировки анализаторов «Leco» в соответствии с ОИ 001.489—2006, для аттестации методик измерений водорода.

Область применения – цветная металлургия.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля водорода, %.

СО представляет собой кусочки проволоки из сплава циркония диаметром от 2,6 мм до 2,8 мм, помещенные в стеклянные банки с герметично закрывающейся крышкой и запаянные в полиэтиленовые упаковки.

### ГСО 11007-2017 СО СОСТАВА ЦИРКОНИЯ НА СОДЕРЖАНИЕ КИСЛОРОДА

СО предназначен для оперативного контроля точности измерений содержания кислорода в цирконии и его сплавах в соответствии с методиками измерений ОИ 001.373—94 «Сплавы циркония. Методика нейтронно—активационного измерения содержания кислорода» и ОИ 001.490—2000 «Кислород, азот. Методика выполнения измерений массовых долей в редких, тугоплавких металлах методом восстановительного плавления», для градуировки анализаторов «Leco» в соответствии с ОИ 001.490—2000, для аттестации методик измерений массовой доли кислорода.

Область применения – цветная металлургия.

**Способ аттестации** – применение аттестованных методик измерений.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля кислорода, %.

СО представляет собой кусочки проволоки из сплава циркония диаметром от 2,6 мм до 2,8 мм, длиной от 5 мм до 7 мм, помещенные в стеклянные банки с герметично закрывающимися крышками и запаянные в полиэтиленовые упаковки.

# ГСО 11008-2017/ГСО 11010-2017 СО СОСТАВА СТАЛИ (набор С-85 СО ЛЕКО)

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей углерода, серы, кислорода, азота и водорода в сталях, контроля точности результатов измерений массовых долей углерода, серы, кислорода, азота и водорода в сталях. СО может применяться для поверки СИ состава стали, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие области промышленности.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** — массовые доли углерода, серы, кислорода, азота и водорода, %.

Материалом СО являются калибровочные образцы LECO серии 85 (LECO 502–856, LECO 502–870, LECO 502–874), изготовленные в виде цилиндров из нержавеющей стали

массой около 1 г, расфасованные в стеклянные флаконы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В набор С–85 СО ЛЕКО входят 3 типа СО с индексами: С–856 СО ЛЕКО; С–870 СО ЛЕКО; С 874 СО ЛЕКО.

# ГСО 11011-2017/ГСО 11012-2017 СО СОСТАВА ТИТАНА (набор Т-88 СО ЛЕКО)

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовых долей углерода, кислорода, азота и водорода в титане и титановых сплавах, контроля точности результатов измерений массовых долей углерода, кислорода, азота и водорода в титане и титановых сплавах. СО может применяться для поверки СИ состава титана и титановых сплавов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие области промышленности.

**Способ аттестации** — межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** — массовые доли углерода, кислорода, азота и водорода, %.

Материалом СО являются калибровочные образцы LECO серии 88 (LECO 502–876, LECO 502–888), изготовленные в виде титановых цилиндров массой около 0,1 г, расфасованные в стеклянные флаконы вместимостью 100 см³. В набор Т–88 СО ЛЕКО входят 2 типа СО с индексами: Т–876 СО ЛЕКО; Т–888 СО ЛЕКО.

# ГСО 11013-2017/ГСО 11014-2017 СО СОСТАВА МЕДИ (набор М-14 СО ЛЕКО)

**СО предназначены** для калибровки, градуировки, поверки и испытаний СИ состава меди и медных сплавов, в том числе в целях утверждения типа, контроля точности результатов измерений массовой доли кислорода в меди и медных сплавах.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие отрасли промышленности.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент. **Аттестованная характеристика СО** – массовая доля кислорода, %.

Материалом СО являются калибровочные образцы LECO серии 14 (LECO 501–148, LECO 501–149), изготовленные в виде медных цилиндров массой около 1 г, расфасованных по 100 г в стеклянные банки с закручивающимися крышками, помещенные в картонную упаковку. В набор М—14 СО ЛЕКО входят 2 типа СО с индексами: М—148 СО ЛЕКО: М 149 СО ЛЕКО.



### ГСО 11015-2017 СО СОСТАВА ПРИРОДНОГО ГАЗА МАГИСТРАЛЬНОГО (ПГМ-8-ЕКб)

СО предназначен для поверки, калибровки и градуировки СИ, применяемых при определении компонентного состава природных (попутных) газов, в том числе при проведении испытаний с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) измерений в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами; проведения межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний.

Область применения – газовая и химическая промышленность.

**Способ аттестации** – использование государственных эталонов единиц величин

**Аттестованная характеристика СО** — молярная доля определяемого компонента, %.

СО представляет собой многокомпонентную газовую смесь — образец природного газа, отобранный непосредственно из магистрального газопровода в баллон. Отбор осуществляется в соответствии с ТУ 06.12.10—045—32543328—2017. Газовая смесь находится в алюминиевом баллоне по ТУ 1411—016—03455343—2004, ТУ 1412—017—03455343—2004, ТУ 1411—001—20810646—2015, в баллоне типа Luxfer или аналогичном, снабженном одним или двумя вентилями для горючих газов типа ВВ—55, ВВ—88, ВВБ—54 или другими с аналогичными характеристиками. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 40 дм³. Газовая смесь находится под давлением от 2 МПа до 10 МПа.

# ГСО 11016-2017 СО РУДЫ ЖЕЛЕЗНОЙ МАГНЕТИТОВОЙ (ИСО Р20/3)

**СО предназначен** для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений при определении химического состава руды железной магнетитовой (ГОСТ Р 52939—2008). СО может применяться для поверки (калибровки), градуировки СИ при условии со-

ответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) и градуировки соответствующих СИ.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие отрасли.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля компонентов, %.

Материал СО приготовлен из руды железной магнетитовой в виде порошка крупностью менее 0,1 мм (ГОСТ 15054—80); материал расфасован в банки вместимостью 100 см<sup>3</sup> с пластмассовой крышкой по (50—300) г.

# ГСО 11017-2017 СО ЧУГУНОВ ТИПОВ АЧС-2, ПФ3, П1, ПВК3, ПФ2, ЧХ1 (комплект ИСО ЧГ50 - ИСО ЧГ55)

СО предназначены для градуировки СИ при определении состава чугунов (ГОСТ 1585–85, ГОСТ 805–95, ГОСТ 7769–82) спектральными методами, аттестации методик измерений. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава чугунов (ГОСТ 1585–85, ГОСТ 805–95, ГОСТ 7769–82), для поверки (калибровки) СИ при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) соответствующих СИ.

**Область применения** – металлургия, машиностроение и другие отрасли.

**Способ аттестации** – межлабораторный эксперимент, сравнение с CO.

**Аттестованная характеристика СО** — массовая доля элементов, %.

Комплект ИСО ЧГ50 — ИСО ЧГ55 состоит из шести СО; материал СО приготовлен из чугунов типов АЧС—2, ПФ3, П1, ПВК3, ПФ2, ЧХ1 в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы с двумя рабочими поверхностями; высота цилиндров составляет (17—20) мм, диаметр оснований — (37—40) мм (ГОСТ Р ИСО 14284—2009, ГОСТ 7565—81).

### 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 принимается 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.

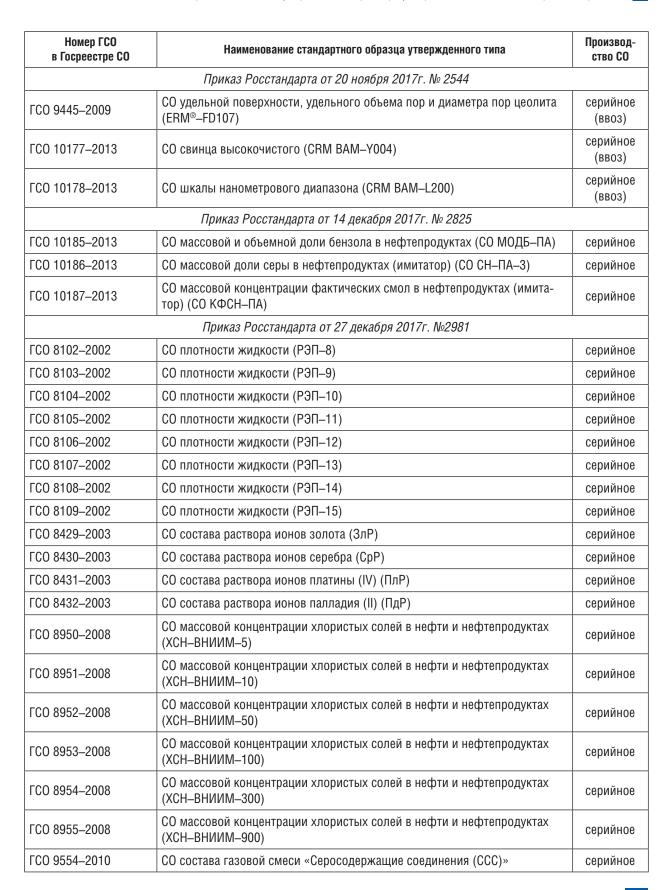
Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен во второй половине 2017 г., представлен в таблице ниже.

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

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО	
	Приказ Росстандарта от 6 сентября 2017г. № 1882		
ГСО 10130-2012	СО массовой доли моноароматических и полиароматических углеводородов в нефтепродуктах (ПАУ–ДТ–ЭК)		
ГСО 10201–2013	СО фракционного состава и массовой доли воды в дизельном топливе (ФС-В-ДТ-ЭК)	серийное	
	Приказ Росстандарта от 6 сентября 2017г. № 1884		
ГСО 10149–2012	СО массовой доли парафинов в нефти (имитатор) (СО МДПН-ПА)	серийное	
ГСО 10150-2012 CO массовой доли хлорорганических соединений в нефти (имитатор) (CO XOH-ПА		серийное	
	Приказ Росстандарта от 6 сентября 2017г. № 1885		
ГСО 10168-2012	СО биохимического потребления кислорода в природной воде (МСВ БПК)	серийное	
ГСО 10170-2012 СО показателя текучести расплава полиэтилена (СО ПТР-ПА-1)		серийное	
	Приказ Росстандарта от 6 октября 2017г. № 2121		
ГСО 8142-2002	СО состава бензина (С2)	серийное (ввоз)	
ГСО 8143-2002 СО состава и детонационной стойкости бензина (С4)		серийное (ввоз)	
ГСО 10164-2012	СО состава тетрациклина гидрохлорида	серийное	
	Приказ Росстандарта от 6 октября 2017г. № 2122		
ГСО 10165–2012	СО состава левомицетина	серийное	



Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
	Приказ Росстандарта от 20 октября 2017г. № 2195	
ГСО 8921–2007	СО состава элодеи канадской (ЭК-1)	единичное
ГСО 8922–2007	СО состава травосмеси (Тр-1)	
СО 8923-2007 СО состава листа березы (ЛБ-1)		единичное
	Приказ Росстандарта от 20 октября 2017г. № 2196	
ГСО 8123–2002	СО показателя преломления жидкостей (комплект ПП)	серийное
	Приказ Росстандарта от 30 октября 2017г. № 2288	
ГСО 9054–2008	СО состава дигидрокверцетина (ДГК-ДИОД)	серийное
	Приказ Росстандарта от 3 ноября 2017г. № 2354	•
ГСО 8700–2005	СО фракционного состава нефти (ФС ТН-1)	серийное
	Приказ Росстандарта от 3 ноября 2017г. № 2355	
ГСО 8180–2002	СО состава уранилфторида (комплект СОУ Тс)	серийное
ГСО 8181–2002	СО удельной активности нептуния—237 в закиси—окиси урана (комплект COУ Np)	серийное
ГСО 8182–2002	СО лапрной эктивности пплтония—330 в закиси—окиси люзна (комплакт	
	Приказ Росстандарта от 10 ноября 2017г. № 2393	
ГСО 7188–95/ 7189–95	СО состава водных растворов фторид–ионов (комплект № 2А)	
ГСО 7190–95/ 7192–95	СО состава водных растворов ионов магния (комплект № 20К)	
ГСО 7193–95/ 7194–95	СО состава водных растворов общего азота (комплект № 8А)	
ГСО 7213–95	СО состава четыреххлористого углерода	серийное
ГСО 7241–96/ 7242–96	CO состава водных растворов общего фосфора (комплект № 9A)	серийное
ГСО 7332–96	СО состава 1,2-дихлорэтана	серийное
ГСО 7424–97	СО состава раствора нефтепродуктов (смесь гексадекана, изооктана и бензола) в четыреххлористом углероде (НП-1)	
ГСО 7425–97	СО бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода – ХПК)	
ГСО 8062–94/ 8064–94	CO состава водных растворов ионов натрия (комплект № 17K)	
ГСО 8086–94/ 8088–94	СО состава водных растворов ионов молибдена (VI) (комплект № 14K)	
ГСО 8868–2007	СО массовой доли инертной пыли в диспергированном угольном порошке (комплект МДПИ)	серийное
ΓCO 10163–2012	СО состава субстанции «Селенокс»	серийное
ГСО 10167–2012	CO массовой концентрации иммуноглобулинов класса G к вирусу краснухи в сыворотке, плазме крови человека (КРАСНУХА–IgG–ЛСЧ)	серийное



Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
	Приказ Росстандарта от 27 декабря 2017г. №2982	
ГСО 666–81П	СО стали углеродистой типа 05кп (С1)	серийное
ГСО 967–93П	СО сплава прецизионного типа 29НК (С46)	серийное
ГСО 1587–93П	СО стали легированной типа Р9К5 (C26)	серийное
ГСО 1895–90П	СО шлака сталеплавильного (Ш4)	серийное
ГСО 2034–88П	СО флюса для электрошлакового переплава типа АНФ-6 (Ш8)	серийное
ГСО 8915–2007	СО чугуна передельного типа ПФ2 (Ч20)	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 в соответствии с принятыми Росстандартом решениями.

# СПИСОК СТАТЕЙ ОПУБЛИКОВАННЫХ В 2017 ГОДУ

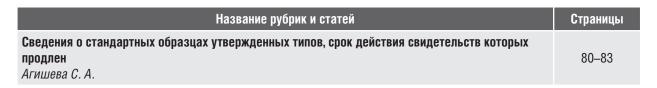
### СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ № 1, 2017

Название рубрик и статей	Страницы
ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ	
РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов состава на основе жидкостной и газовой хроматографии Шохина О. С., Медведевских М. Ю., Крашенинина М. П., Макарова С. Г., Крылов А. И., Ткаченко И. Ю., Михеева А. Ю.	9 –26
Разработка стандартного образца минерального состава воды природной, предназначенного для контроля точности измерений мутности Горяева Л.И., Лебедева Е.Л.	27–36
ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Определение возможности применения неметаллических контрольных образцов для оценки работоспособности дефектоскопических материалов и оценки чувствительности капиллярного контроля  Лобанова И. С., Калиниченко А. Н., Калиниченко Н. П., Камышева Е. Н.	37–42
СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	
Современные методы анализа и средства измерения сорбционных свойств магнитосорбентов Долбня И. В., Татаринцева Е. А., Козьмич К. В., Комиссаренко М. В., Захаревич А. М.	43–55
МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ	
EURACHEM В РОССИИ	
Международное нормативно-методическое взаимодействие в области метрологии аналитических измерений – Eurachem в России Медведевских М. Ю., Барановская В. Б.	57–60
ИСО/РЕМКО	
Обзор официальных переводов на русский язык документов ИСО/РЕМКО Кремлёва О. Н.	61–62
информация. новости. события	
ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ	
Валидация методов испытаний, человеческие ошибки и неопределенность результатов измерений Кусельман И. И.	63–66
Всероссийская научно-техническая конференция «Метрология физико-химических измерений»	67
Всероссийская конференция с международным участием, посвященная 60-летию Института геохимии СО РАН и 100-летию со дня рождения Л.В. Таусона «Современные направления развития геохимии»	68
Международная научно-практическая конференция «Измерения: состояние, перспективы развития	69
БИБЛИОТЕКА	
Обзор публикаций по стандартным образцам Добровинский И. Е., Тараева Н. С.	71–77

Название рубрик и статей	Страницы
ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ (	ОБРАЗЦОВ
Сведения о новых типах стандартных образцов Агишева С.А.	79–85
Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен $A$ гишева $C.A.$	86–88

### СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ № 2, 2017

Название рубрик и статей	Страницы
ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ	
РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Разработка стандартного образца состава меди высокой чистоты (CuCO УНИИМ) в качестве эталона сравнения в составе ГЭТ 176-2013  Зыскин В. М., Собина А. В., Шимолин А. Ю.	9–20
Разработка стандартного образца удельной поверхности кварцевого песка <i>Собина Е. П.</i>	21–26
СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	
Создание методик определения содержания основных компонентов в реактивах, используемых для синтеза стандартных образцов состава Домбровская М. А., Лисиенко Д. Г., Кубрина Е. Д.	27–36
СЛИЧЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Создание методик определения содержания основных компонентов в реактивах, используемых для синтеза стандартных образцов состава Домбровская М. А., Лисиенко Д. Г., Кубрина Е. Д.	37–47
ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Метрологическое обеспечение радиохимического производства Тадевосян Ю. А., Семёнов М. А., Киселёва Е. С.	49–57
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)	61–62
22-е заседание Технического Комитета 1.12 Евро-азиатского сотрудничества государственных метрологических учреждений (KOOMET) «Стандартные образцы» (ТК 1.12 «CO» KOOMET).	63–64
III международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»	65
БИБЛИОТЕКА	
<b>Обзор публикаций по стандартным образцам</b> Добровинский И. Е., Тараева Н. С.	67–73
ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ О	)БРАЗЦОВ
Сведения о новых типах стандартных образцов Агишева С. А.	75–79



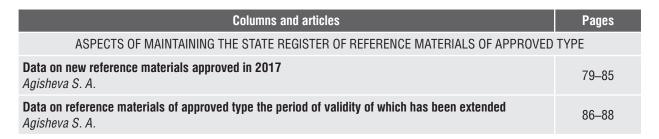
### СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ № 3-4, 2017

Название рубрик и статей	Страницы
ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ	
Национальный рынок стандартных образцов. Состояние, проблемы и перспективы развития. Часть 1. Введение. Формирование национального рынка стандартных образцов. Бессонов Ю. С., Кремлева О. Н.	9–19
ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ	
Влияние магнитной вязкости на результаты измерений магнитных свойств магнитотвердых материалов Перепелкина А. В., Волегова Е. А., Васьковский В. О., Волегов А. С.	21–27
Применение стандартных образцов доменных, сталеплавильных, конвертерных шлаков и сварочных плавленых флюсов при разработке методики анализа шлакообразующих смесей методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой Черникова И. И., Кострикина Т. В., Тюмнева К. В., Ермолаева Т. Н.	29–40
МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ.	
EURACHEM В РОССИИ	
Проверка квалификации и другие виды межлабораторных сличений. Информационная брошюра <i>EURACHEM</i> Медведевских М. Ю., Барановская В. Б.	41–46
ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ	
ОБЗОР ПРОФИЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ	
III международная научная конференция «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»	47–48
Международный семинар «Качество результатов испытаний для оценки соответствия химического состава нормам – что такое хорошо и что такое плохо?» Кусельман И. И.	49
BERM 15. Международный симпозиум по биологическим и экологическим стандартным образцам	50
БИБЛИОТЕКА	
Обзор публикаций по стандартным образцам Добровинский И. Е., Тараева Н. С.	51–57
ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ С	)БРАЗЦОВ
Сведения о новых типах стандартных образцов Агишева С. А.	58–74
Сведения о стандартных образцах утвержденных типов, срок действия свидетельств которых продлен $A$ гишева $C$ . $A$ .	75–78

## LIST OF ARTICLES, PUBLISHED IN 2017

### REFERENCE MATERIALS № 1, 2017

Columns and articles	Pages		
ORIGINAL PAPERS			
DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS			
Development of the state secondary measurement standard and certified reference materials for composition on the basis of liquid and gas chromatography  Shokhina O. S., Medvedevskikh M. Yu., Krasheninina M. P., Makarova S. G., Krylov A. I., Tkachenko I. Yu., Mikheeva A. Yu.	9–26		
Development of certified reference material of mineral composition of natural water designed to control of turbidity measurement accuracy  Gorjaeva L. I., Lebedeva E. L.	27–36		
THE USE OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS			
Possibility of using non-metallic check samples to assess the performance of penetrant materials and the sensitivity of penetrant testing Lobanova I. S., Kalinichenko A. N., Kalinichenko N. P., Kamysheva E. N.	37–42		
MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS			
<b>Modern methods of analysis and instruments measuring sorption properties of magnetic sorbents</b> <i>Dolbnya I. V., Tatarintseva E. A., Kozmich Ch. V., Komissarenko M. V., Zakharevich A. M.</i>	43–55		
GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS. INTERNATIONAL STANDARDS			
EURACHEM IN RUSSIA			
International regulatory and methodological cooperation in the sphere of metrology of analytical measurements -Eurachem in Russia  Medvedevskikh M. Yu., Baranovskaja V. B.			
ISO/REMCO			
Overview of official translations of ISO/REMCO documents into Russian Kremleva O. N.	61–62		
INFO. NEWS. EVENTS			
OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS			
Validation of test methods, human errors and measurement uncertainty of results Kuselman I.	63–66		
All-Russian scientific and technical conference «Metrology of physicochemical measurements»			
All-Russian conference with international participation, devoted to the 60th anniversary of the Institute of Geochemistry SB RAS and the 100th anniversary of L.V. Tauson's birth «Modern areas for developing geochemistry»			
$International\ scientific\ and\ practical\ conference\ «Measurements:\ current\ state,\ development\ prospects»$			
LIBRARY			
Overview of publications on reference materials  Dobrovinskiy I. E., Taraeva N. S	71–77		



### REFERENCE MATERIALS № 2, 2017

Columns and articles	Pages		
ORIGINAL PAPERS			
DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS			
Development of a certified reference material f or composition of high-purity copper as a transfer standard within GET 176-2013  Zyskin V. M., Sobina A. V., Shimolin A. Yu.	9–20		
<b>Development of a certified reference material for specific surface area of quartz sand</b> <i>Sobina E. P.</i>	21–26		
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 Dombrovskaya M. A., Lisienko D. G., Kubrina E. D.	27–36		
REFERENCE MATERIAL COMPARISONS			
Interlaboratory comparison tests in mineralogical works Ozhogina E. G., Lebedeva M. I., Gorbatova E. A.	37-47		
THE USE OF REFERENCE MATERIALS			
Metrological assurance in radiochemical production 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.	61–62		
The 22nd meeting of COOMET TC 1.12 «Reference Materials» (COOMET TC 1.12 «RMs»)	63–64		
The III <sup>rd</sup> International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology»			
LIBRARY			
Overview of publications on reference materials  Dobrovinskiy I. E., Taraeva N. S.			
ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF REFERENCE MATERIALS OF APPROVED TYPE			
Data on new reference materials approved in 2017  Agisheva S. A.			
Data on reference materials of approved type the period of validity of which has been extended Agisheva S. A.	80–83		

### REFERENCE MATERIALS № 3-4, 2017

Columns and articles	Pages		
ORIGINAL PAPERS			
National market of reference materials. Current state, problems and development prospects. Part 1. Introduction. Development of the national market of reference materials.  Bessonov Yu. S., Kremleva O. N.	9–19		
THE USE OF REFERENCE MATERIALS			
Effect of magnetic viscosity on magnetic property measurements of hard magnetic materials Perepelkina A. V., Volegova E. A., Vaskovskiy V. O., Volegov A. S.	21–27		
Using reference materials of blast furnace slag, steelmaking slag, converter slag and fused fluxes when developing a procedure for analysis of slag-forming mixtures using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry  Chernikova I. I., Kostrikina T. V., Tyumneva K. V., Ermolaeva T. N.	29–40		
GUIDANCE PAPERS. NORMS. STANDARDS. INTERNATIONAL STANDARDS			
EURACHEM IN RUSSIA			
<b>Proficiency Testing Schemes and other interlaboratory comparisons.</b> <i>EURACHEM</i> leaflet <i>Medvedevskikh M. Yu., Baranovskaja V. B.</i>	41–46		
INFO. NEWS. EVENTS			
OVERVIEW OF SPECIAL EVENTS			
III <sup>rd</sup> International Scientific Conference «Reference Materials in Measurement and Technology»	47–48		
International workshop «Quality of test results for conformity assessment of a chemical composition – what is good and what is bad?»  **Ilya Kuselman**	49		
BERM 15. International Symposium on Biological and Environmental Reference Materials	50		
LIBRARY			
Overview of publications on reference materials  Dobrovinskiy I. E., Taraeva N. S.	51–57		
ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERI	ALS		
Data on new reference materials approved in 2017 Agisheva S. A.	58–74		
Data on type approved reference materials the validity period of which has been extended Agisheva S. A.	75–78		

# 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 должен лаконично (не более 10 слов) и точно отражать содержание статьи, тематику и результаты проведенного научного исследования.

Приводится на русском и английском языках:

4. Аффилиация 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 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, подчеркивается их практическая значимость, а также определяются основные направления для дальнейшего исследования в этой области.

- 6) Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.
- 7) Вклад соавторов. В конец 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 (СОРЕ).

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 Российской Федерации и лицензией Creative Commons CC BY 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайте журнала «Стандартные образцы», сайтах 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

# 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 papers, analytical, scientific and research, scientific and methodological materials, as well as materials intended for consultation and information; translations of published papers 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 papers with potentially high impact factor and/or containing significant advances in the indicated areas of science.

### **Conditions for paper publication:**

- the paper submitted for publication must not have been previously published, must be relevant, have a new element, a problem statement, description of main results of the study, obtained by the author, conclusions;
- the paper submitted for publication must comply with the rules of formatting given below or on the website of the journal:
  - there is no publication or royalty fee;
- papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

#### Paper submission rules:

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor «UNIIM», 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation, or for Executive Secretary by e-mail: taraeva@uniim.ru;
- the paper is submitted in paper form and on electronic media (via e-mail or on disc) Microsoft Word format. The paper version must fully match the electronic version;
- the text of the paper must be proofread thoroughly and signed by the author(s) who is(are) responsible for the scientific and theoretical level of the material being published;
- upon submission of the paper to the editorial staff, the author accepts provisions of the license contract posted on the website of the journal.

#### Paper formatting rules:

The following points should be taken into consideration when typing the paper:

- 1. Font Times New Roman, 12-point font size, line spacing single line, indenting justified; all margins 20 mm each, page numbering is required. The paper shouldn't exceed the volume of 20 A4 pages (if the paper exceeds this limit, the editorial staff has the right to divide the paper for publication in two issues).
- 2. The title of the paper should be short (not more than 10 words) and informative and should cover the paper contents, the subject-matter and results of the conducted scientific study. The title is to be provided in Russian and English.
- 3. Affiliation of authors. Full name of the author; full name of the organization (abbreviation for the organization), town/city, the Russian Federation; ORCID; e-mail.

- 4. The order in which authors are mentioned depends directly on their contribution to the performed work. The first to be indicated is the author who has made the largest contribution. When making a list of authors, it is necessary to comply with ethical standards pertaining to co-authorship norms established by COPE (the Committee on Publication Ethics, http://publicationethics.org) (see Chapter 4).
- 5. The Abstract in English (hereinafter referred to as Abstract) informs the reader about main provisions of the paper. 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 searchcase 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 paper 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 paper.
- 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 a paper 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

