

ISSN 2077-1177

Стандартные образцы

Том
Vol **14**

№ **1-2**
2018



Reference
Materials

Том 14 № 1-2, 2018

«СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ»

Ежеквартальный научно-технический журнал

Свидетельство о регистрации СМИ – ПИ
№ ФС77-2103 от 31 мая 2005 г.
ISSN 2077-1177

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

ТИПОГРАФИЯ:
ООО «Копирайт»
620028, г. Екатеринбург, ул. Татищева, 60
Тел.: 8 (343) 287-28-45

РЕДАКЦИЯ:
620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Телефон, факс: + 7 (343) 350-72-42,
350-60-68
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru

Издается с 2005 года.
Периодичность издания – 4 раза в год.
Подписной индекс в каталоге агентств
«Пресса России» – 10263.

Журнал входит в Перечень российских
рецензируемых научных журналов ВАК.

Подписано в печать 30.04.2018.
Дата выхода в свет 15.05.2018.
Формат 80×108 1/16. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 6,7.
Тираж 200 экз. Заказ № 12350.

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

- ЭТАЛОНЫ
Совершенствование эталонного комплекса
для метрологического обеспечения порометрии
твердых веществ и материалов 9
Собина Е. П.

- Стандартные образцы каталитической активности
как средство обеспечения метрологической прослеживаемости
результатов измерений. КАТАЛ 25
Кулябина Е. В., Мелкова О. Н., Гуськова Е. А., Гребенникова Т. В.

- РАЗРАБОТКА, ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
Разработка стандартного образца физических свойств
грунта глинистого (суглинка) 33
Матвеева И. Н., Толмачев В. В.

- СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ
Разработка метрологического обеспечения
для количественных ЯМР-анализаторов 39
Прудников С. М., Витюк Б. Я., Агафонов О. С.

МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ. НОРМАТИВЫ. СТАНДАРТЫ. МЕЖДУНАРОДНЫЕ СТАНДАРТЫ

- ОБЗОР ОФИЦИАЛЬНЫХ ПЕРЕВОДОВ НА РУССКИЙ ЯЗЫК
ДОКУМЕНТОВ ИСО/РЕМКО
Международный стандарт ИСО 17034:2016
Общие требования к компетентности производителей
стандартных образцов 49

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ.

- ЭТАЛОННАЯ БАЗА В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ
РОССИИ
Участие ФГУП «ВНИИФТРИ» в международных сличениях
в области физико-химических измерений 51
Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокурин С. В., Стахеев А. А.

- БИБЛИОТЕКА
Обзор публикаций по стандартным образцам 57

- ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА
УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
Сведения о новых типах стандартных образцов 63
Агишева С. Т.
Сведения о стандартных образцах утвержденных типов,
срок действия свидетельств которых продлен 71
Агишева С. Т.

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.

Vol. 14 № 1-2, 2018

«REFERENCE MATERIALS»

Quarterly scientific and technical journal

Mass media registration certificate – PI
No FSS 77–2103 of 31 May 2005
ISSN 2077–1177

FOUNDER & PUBLISHER:

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

PRINTING HOUSE:

ООО «Copyright»
60 Tatishcheva St., Ekaterinburg,
620028,
Russian Federation
Telephone: +7 (343) 287-28-45

EDITORIAL OFFICE:

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg,
620075,
Russian Federation
Telephone, fax: +7 (343) 350-72-42,
350-60-68
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru

Published since 2005.
Publication frequency: quarterly.

Subscription index in catalogue of agencies
«Pressa Rossii» – 10263.

Signed for printing: 30.04.2018.
Date of publication: 15.05.2018.
Sheet size 80×108 1/16. Offset printing.
Royal paper. Conventional printed sheets 6,7.
Number of copies 200. Order No 12350.

ORIGINAL PAPERS

■ MEASUREMENT STANDARDS

- Improving the Measurement Standard for the Metrological Support of the Porometry of Solid Substances and Materials**..... 9
Sobina E. P.

- Reference Materials of Catalytic Activity as a Means of Ensuring the Metrological Traceability of Measurement Results. Katal**..... 25
Kulyabina E. V., Melkova O. N., Guskova E. A., Grebennikova T. V.

■ DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE MATERIALS

- Development of a Certified Reference Material for the Physical Properties of the Soil Clay (loam)** 33
Matveeva I. N., Tolmachev V. V.

■ MODERN METHODS OF ANALYZING SUBSTANCES AND MATERIALS

- Development of Metrological Support for Quantitative NMR Analyzers**..... 39
Prudnikov S. M., Vityuk B. Ya., Agafonov O. S.

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

■ OVERVIEW OF OFFICIAL TRANSLATIONS OF ISO/REMCO DOCUMENTS INTO RUSSIAN

- International Standard ISO 17034:2016 General Requirements for the Competence of Reference Material Producers**..... 49

INFO. NEWS. EVENTS

■ MEASUREMENT STANDARD BASE OF RUSSIA IN THE FIELD OF PHYSICAL–CHEMICAL MEASUREMENTS

- Participation of VNIIFTRI in International Comparisons in the Field of Physical-Chemical Measurements** 51
Dobrovolskiy V. I., Oganyan N. G., Prokunin S. V., Stakheev A. A.

■ LIBRARY

- Overview of publications on reference materials** 57

■ ASPECTS OF MAINTAINING THE STATE REGISTER OF TYPE APPROVED REFERENCE MATERIALS

- Data on new Reference Materials Approved in 2018**..... 63
Agisheva S. T.
Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of which has been Extended..... 71
Agisheva S. T.

When citing, a reference to the journal «Reference Materials» is required.

Reprinting of the whole text or part of the text for educational or research purposes is possible only if a reference to the imprint (AmE masthead) of the journal is given. The copyright holder and authors must also be listed.

© «Reference Materials», 2018

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Медведевских Сергей Викторович

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Окрепилов Михаил Владимирович

д. техн. наук, доцент, заместитель директора по качеству и образовательной деятельности, заведующий кафедрой «Теоретическая и прикладная метрология» ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

Собина Егор Павлович

канд. хим. наук, заместитель директора по инновациям 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 ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ

Тараева Наталия Сергеевна

ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

КОРРЕКТОР

Бортникова А. В.

ПЕРЕВОДЧИК

Квеглис Анна Викторовна

ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ

Таскаев В. В.

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ:

Атанов А. Н.

канд. хим. наук, ООО «Центра стандартных образцов и высокочистых веществ», г. Санкт-Петербург, РФ

Барановская В. Б.

д. хим. наук, ФГБУН «Института общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова РАН», г. Москва, РФ

Васильева И. Е.

д. техн. наук, ФГБУН Институт геохимии им. А. П. Виноградова Сибирского отделения Российской академии наук, г. Иркутск, РФ

Волкова Р. А.

д. биол. наук, ФГБУ «Научный центр экспертизы средств медицинского применения Росздравнадзора» Минздрава России, г. Москва, РФ

Дидик Ю. И.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, РФ

Донбаева В. А.

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

Добровинский И. Е.

канд. техн. наук, г. Екатеринбург, РФ

Казанцев В. В.

канд. хим. наук, ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, РФ

Катков А. С.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Конопелько Л. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Крылов А. И.

д. хим. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Кулев Д. Х.

д. техн. наук, ГНУ ФГБНУ «Всероссийского научно-исследовательского института пищевых добавок» Россельхозакадемии, г. Санкт-Петербург, РФ

Кусельман И. И.

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

Литвинов Б. Я.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Осинцева Е. В.

канд. хим. наук, ООО «Югра-ПГС», г. Сургут, РФ

Панева В. И.

канд. техн. наук, г. Екатеринбург, РФ

Потапов А. И.

д. техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского горного университета», С. Петербург, РФ

Походун А. И.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Слаев В. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Степановских В. В.

канд. техн. наук, ЗАО «Института стандартных образцов», г. Екатеринбург, РФ

Сясько В. р А.

д. техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургского горного университета», г. Санкт-Петербург, РФ

Чуновкина А. Г.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

CHIEF EDITOR

Sergei V. Medvedevskikh

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

DEPUTY CHIEF EDITOR

Mikhail V. Okrepilov

D. Sc. (Eng.), Associate Professor, Deputy Director for Quality and Educational Activities, Head of the Theoretical and Applied Metrology Department, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)
Saint Petersburg, Russian Federation

Egor P. Sobina

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

Olga N. Kremleva

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

EDITOR

Anna S. Sergeeva

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

EXECUTIVE SECRETARY

Natalia S. Taraeva

UNIIM
Ekaterinburg, Russian Federation

PROOF-READER

Alena V. Bortnikova

TRANSLATOR

Anna V. Kveglis

UNIIM
Ekaterinburg, Russian Federation

LAYOUT, COLOUR CORRECTION

Vladislav V. Taskaev

EDITORIAL BOARD

Alexander N. Atanov

Ph.D. (Chem.), Center of Reference Materials and High-Purity Substances, Saint Petersburg, Russian Federation

Vasilisa B. Baranovskaja

D. Sc. (Chem.), Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry of the Russian Academy of Sciences (IGIC RAS), Moscow, Russian Federation

Anna G. Chunovkina

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Yuriy I. Didik

UNIIM, Ekaterinburg, Russian Federation

Igor E. Dobrovinskiy

Ph.D. (Eng.), Ekaterinburg, Russian Federation

Vera A. Donbaeva

Kazakhstan Institute of Metrology, Almaty, Kazakhstan

Aleksandr S. Katkov

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Vyacheslav V. Kazantsev

Ph.D. (Chem.), UNIIM, corresponding member of the Russian Academy of Metrology, Ekaterinburg, Russian Federation

Leonid A. Konopelko

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Anatoliy I. Krylov

D. Sc. (Chem.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Dmitriy Kh. Kulev

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

Ilya Kuselman

D. Sc. (Eng.), Independent Consultant on Metrology, Israel

Boris Ya. Litvinov

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Elena V. Osintseva

Ph.D. (Chem.), «Yugra-PGS, Surgut, Russian Federation

Vera I. Paneva

Ph.D. (Eng.), Ekaterinburg, Russian Federation

Anatoliy I. Pokhodun

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Anatoliy I. Potapov

D. Sc. (Eng.), Saint Petersburg Mining University, Saint Petersburg, Russian Federation

Valeriy A. Slayev

D. Sc. (Eng.), D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint Petersburg, Russian Federation

Valeriy V. Stepanovskikh

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

Vladimir A. Syasko

D. Sc. (Eng.), Saint Petersburg Mining University, Saint Petersburg, Russian Federation

Irina E. Vasileva

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

Rauza A. Volkova

D. Sc. (Biol.), 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, Russian Federation

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

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

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

ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ ЖУРНАЛА:

Передовая статья

- Научно-методические подходы, концепции

Оригинальные статьи

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

Методические материалы. Нормативы. Стандарты. Международные стандарты.

Переводы

Материалы конференций

Информация. Новости. События

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

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 входит:

в Перечень российских рецензируемых научных журналов, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук по группе специальностей 05.11.00 – приборостроение, метрология и информационно-измерительные приборы и системы;
Международный справочник научных изданий Ulrichsweb Global Serials Directory;
Базы данных Всероссийского института научной и технической информации Российской академии наук (ВИНИТИ РАН).

Журнал индексируется и архивируется:
в Российской государственной библиотеке;
Российском индексе научного цитирования (РИНЦ);
электронной библиотеке «КиберЛенинка».

Журнал является членом Cross Ref.

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



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

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

The published materials correspond to the group of specialties:

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

on the following topics:

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

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

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

SECTIONS:

Editorial

- Scientific and methodological approaches, concepts

Original papers

- Development, 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.

International directory of scientific publications:

Ulrichsweb Global Serials Directory;

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

The journal is indexed and archived in:

the Russian State Library,
Russian Science Citation Index (RSCI),
electronic library «CyberLeninka».

The journal is a member of Cross Ref.

The materials of the journal are available under
Creative Commons «Attribution» 4.0 license.



СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ЭТАЛОННОГО КОМПЛЕКСА ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПОРОМЕТРИИ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

©Е. П. Соби́на

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

Поступила в редакцию 1 февраля 2018 г., после доработки – 6 апреля 2018 г.

Принята к публикации – 10 апреля 2018 г.

В настоящее время в Уральском научно-исследовательском институте метрологии функционирует Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов (ГЭТ 210–2014), который имеет измерительные и калибровочные возможности размера пор в диапазоне от 2 до 100 нм, при этом на практике возникает необходимость контроля размера пор твердых веществ и материалов в диапазоне от 100 до 10000 нм. Для расширения измерительных и калибровочных возможностей ГЭТ 210–2014 было предложено включение в состав эталона двух установок, реализующих методы ртутной порометрии и стационарной фильтрации, что позволит значительно расширить возможности нового эталона. В настоящей работе рассмотрено состояние метрологии порометрии и представлены первые результаты исследований метрологических характеристик эталонных установок, реализующих методы ртутной порометрии и стационарной фильтрации. Разработаны и опробованы алгоритмы расчета неопределенности воспроизводимых на эталонных установках величин, характеризующих пористость твердых веществ. Адекватность разработанных алгоритмов подтверждена результатами участия в 4 международных сличениях, измерений стандартных образцов зарубежного производства, а также итогами участия в 6 раундах межлабораторных сличительных испытаниях. Совершенствование эталона позволит обеспечить метрологическое обеспечение СИ и методик измерений сорбционных свойств, пористости, газопроницаемости твердых веществ и материалов в различных отраслях промышленности. При этом обеспечивается метрологическая независимость Российской Федерации и осуществляется импортозамещение дорогостоящих зарубежных стандартных образцов.

Ключевые слова: пористость, газопроницаемость, удельная поверхность, размер пор, стандартный образец, государственный первичный эталон

Ссылка при цитировании:

Соби́на Е. П. Совершенствование эталонного комплекса для метрологического обеспечения порометрии твердых веществ и материалов // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 1-2. С. 9–23. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-9-23.

For citation:

Sobina E. P. Improving the measurement standard for the metrological support of the porometry of solid substances and materials. Reference materials. 2018; 14(1-2). 9–23. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-9-23 (In Russ.).

IMPROVING THE MEASUREMENT STANDARD FOR THE METROLOGICAL SUPPORT OF THE POROMETRY OF SOLID SUBSTANCES AND MATERIALS

© Egor P. Sobina

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

Received – 1 February 2018; Revised – 6 April 2018
Accepted for publication – 10 April 2018.

The State Primary Measurement Standard for units of specific gas adsorption, specific surface area, specific volume and pore size of solid substances and materials (GET 210–2014) is currently in operation at UNIIM. The GET 210-2014 has calibration and measurement capabilities for pore size in a range from 2 to 100 nm, while in practice there is a need to control the pore size of solid substances and materials in a range from 100 to 10,000 nm. In order to enhance the calibration and measurement capabilities of the GET 210-2014, it was proposed to include two reference systems implementing the methods of mercury porometry and stationary filtration into the measurement standard. This work considers the state of the metrology of porometry and presents the first results of studies on the metrological characteristics of reference systems implementing the methods of mercury porometry and stationary filtration. Algorithms for calculating the uncertainty of quantities being reproduced via the methods of mercury porometry and stationary filtration and characterizing the porosity of solids have been developed and tested. The reliability of the developed algorithms is confirmed by: the results of participation in 4 international comparisons, the measurements of foreign-made reference materials, along with the results of participation in 6 rounds of inter-laboratory comparisons. The measurement standard improvement will provide metrological support to measuring instruments and measurement procedures for sorption properties, porosity and gas permeability of solid substances and materials in various industrial sectors. Thus, the metrological independence of the Russian Federation will be ensured and import substitution of expensive foreign reference materials carried out.

Keywords: porosity, gas permeability, specific surface area, pore size, reference material, State Primary Measurement Standard

Используемые сокращения:

IUPAC – Международный союз теоретической и прикладной химии
ГЭТ 210-2014 – Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов
МБМВ – международное бюро мер и весов
НМИ – национальные метрологические институты
ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия
СИ – средство измерений
СМС – калибровочные и измерительные возможности
СО – стандартный образец
ФИФ – Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений
ЯМР – ядерный магнитный резонанс

Abbreviations used in the article:

IUPAC – International Union of Pure and Applied Chemistry
GET 210-2014 – State Primary Measurement Standard for units of specific gas adsorption, specific surface area, specific volume and pore size in solid substances and materials
BIPM – International Bureau of Weights and Measures
NMI – National Metrology Institutes
TEM – Transmission Electron Microscopy
MI – measuring instrument
CMC – calibration and measurement capabilities
RM – reference material
FIF – Federal Information Fund for Ensuring the Uniformity of Measurements
NMR – nuclear magnetic resonance

Введение

Важнейшими характеристиками структуры пористых и дисперсных веществ и материалов являются характеристики пористости и газопроницаемости:

удельная поверхность, удельный объем, размер пор, пористость и газопроницаемость. От сорбционных свойств веществ зависят поглотительная способность адсорбентов, эффективность твердых катализаторов,

характеристики фильтрующих материалов. Удельная поверхность активных углей составляет 500-1500 м²/г, силикагелей – до 800 м²/г, макропористых ионообменных смол – не более 70 м²/г, диатомитовых носителей для газожидкостной хроматографии – менее 10 м²/г, а непористых порошков металлов и керамики – менее 1 м²/г [1–4]. Удельная поверхность характеризует дисперсность порошкообразных материалов: минеральных вяжущих веществ, наполнителей, пигментов, пылевидного топлива и др. [1]. Размер пор может варьироваться от 0,4 до 10 000 нм и более. В соответствии с классификацией IUPAC [5], по размеру пор вещества разделяются на три группы: микропористые (менее 2 нм), мезопористые (2–50 нм); макропористые (более 50 нм). Микропористые цеолиты участвуют в процессах изомеризации бензиновых фракций, крекинга нефти, их используют на стадиях пред- и гидроочистки нефти и нефтепродуктов. Мезопористые оксиды металлов применяют для очистки газовых и жидких сред от различных загрязнений, например, использование автомобильных катализаторов для очистки выхлопных газов, в индустрии наносистем и наноматериалов, при создании и обработке композиционных материалов, полимеров и эластомеров, в резинотехнической, химической, легкой и других отраслях промышленности. Макропористые и непористые металлические микро- и нанопорошки служат для изготовления покрытий и новых композиционных материалов, применяемых в сварочной отрасли, а также в машиностроении, авиации, химии и др. Ни одно производство противозносных препаратов и автомобильных покрышек не обходится без медного порошка. Наиболее активно металлические порошки используют в порошковой металлургии. К макропористым веществам, для которых на практике необходимо контролировать размер частиц, относятся фильтры, мембраны, керамика и др. Для горных пород значения пористости варьируются в достаточно широком диапазоне от 0,1 до 40 %, а газопроницаемость может быть от $0,1 \cdot 10^{-3}$ до $5000 \cdot 10^{-3}$ мкм². На практике необходимы достоверные сведения о проницаемости и пористости горных пород. Такие сведения становятся особенно актуальны при добыче нефти и газа, залежи которых расположены на больших глубинах, а также при геологоразведке новых месторождений.

Развитие новых материалов, качество которых необходимо контролировать, обуславливает появление широкого парка СИ. По данным ФИФ, в реестре утвержденных СИ зарегистрировано 50 типов [6]. Относительная погрешность СИ характеристик пористости и проницаемости составляет $\pm(2-40)\%$. В связи

с этим возникает необходимость централизованного метрологического обеспечения данных СИ, парк которых в России (по ориентировочным оценкам) превышает 500 единиц. Это привело к созданию и утверждению ГЭТ 210-2014, реализующего газоадсорбционный метод [7].

В процессе разработки ГЭТ 210-2014 показано, что к высокоточным методам измерений сорбционных свойств твердых веществ и материалов относятся следующие [4, 8–12]:

- газоадсорбционный (объемный);
- ртутная порометрия;
- просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ);
- метод стационарной фильтрации газов для измерений газопроницаемости.

На практике для контроля точности сорбционных свойств применяют следующие методы: термодесорбционный; по воздухопроницаемости; спектральные; рентгеновского и нейтронного рассеяния; растровой электронной и оптической микроскопии; гравиметрический, объемный, ЯМР и многие другие.

Проведенный анализ оснащенности метрологических институтов показал, что для характеристики сорбционных свойств пористых веществ NIST (США) реализует газоадсорбционный (объемный) метод, ртутную порометрию и ПЭМ, BAM (Federal Institute for Materials Research and Testing, Германия) – газоадсорбционный (объемный) и ртутную порометрию, IRMM (Евросоюз), CENAM (Мексика), NMI (Австралия), NIM (Китай), NMIJ (Япония), LNE (Франция), INMETRO (Бразилия), UME (Турция) – только газоадсорбционный метод.

Зарубежные и международные стандарты [8–10] распространяются на ртутную порометрию и газоадсорбционный (объемный) методы измерений. В настоящее время в России широко распространены и применяются средства измерений сорбционных свойств на основе газоадсорбционного и термодесорбционного методов, средства измерений пористости и газопроницаемости на основе методов стационарной и нестационарной фильтрации, для измерений макропор также используется метод ртутной порометрии.

Данные обстоятельства, а именно широкая распространенность, востребованность и высокая точность измерений, послужили причиной разработки на первом этапе эталона, реализующего газоадсорбционный метод, основанный на измерении удельной адсорбции газов твердыми веществами и материалами. На следующем этапе с целью расширения области применения ГЭТ 210-2014 запланировано включение в его состав

новых эталонных установок, реализующих методы ртутной порометрии и стационарной фильтрации газов.

Настоящая статья посвящена рассмотрению состояния и перспектив развития ГЭТ 210-2014 на период 2017–2019 гг.

Экспериментальная часть

Состав и метрологические характеристики ГЭТ 210-2014

В настоящее время ГЭТ 210-2014 состоит из технических средств и вспомогательных устройств (рис. 1): эталонной установки, реализующей газодсорбционный метод (в качестве газов используют высокочистые He , N_2 , Kr , Ar , H_2O); эталонов сравнения; блоков измерений массы пробы, подготовки образцов, контроля условий окружающей среды и обработки измерительной информации.

Метрологические характеристики ГЭТ 210-2014 приведены в табл. 1.

Стандартные образцы сорбционных свойств

Для передачи единиц от ГЭТ 210-2014 в настоящее время используются СО микропористых, мезопористых и макропористых веществ, которые имеют метрологические характеристики, приведенные в табл. 2–5.

Эталонная установка на основе метода ртутной порометрии

Эталонная установка включает следующее оборудование: ртутный порозиметр, обеспечивающий диапазон измерений размера пор от 0,0036 мкм до 900 мкм; комплект для очистки ртути; комплект для калибровки объема вдавленной ртути; комплект дилатометров для возможности измерений компактных и сыпучих материалов; персональный компьютер со специализи-

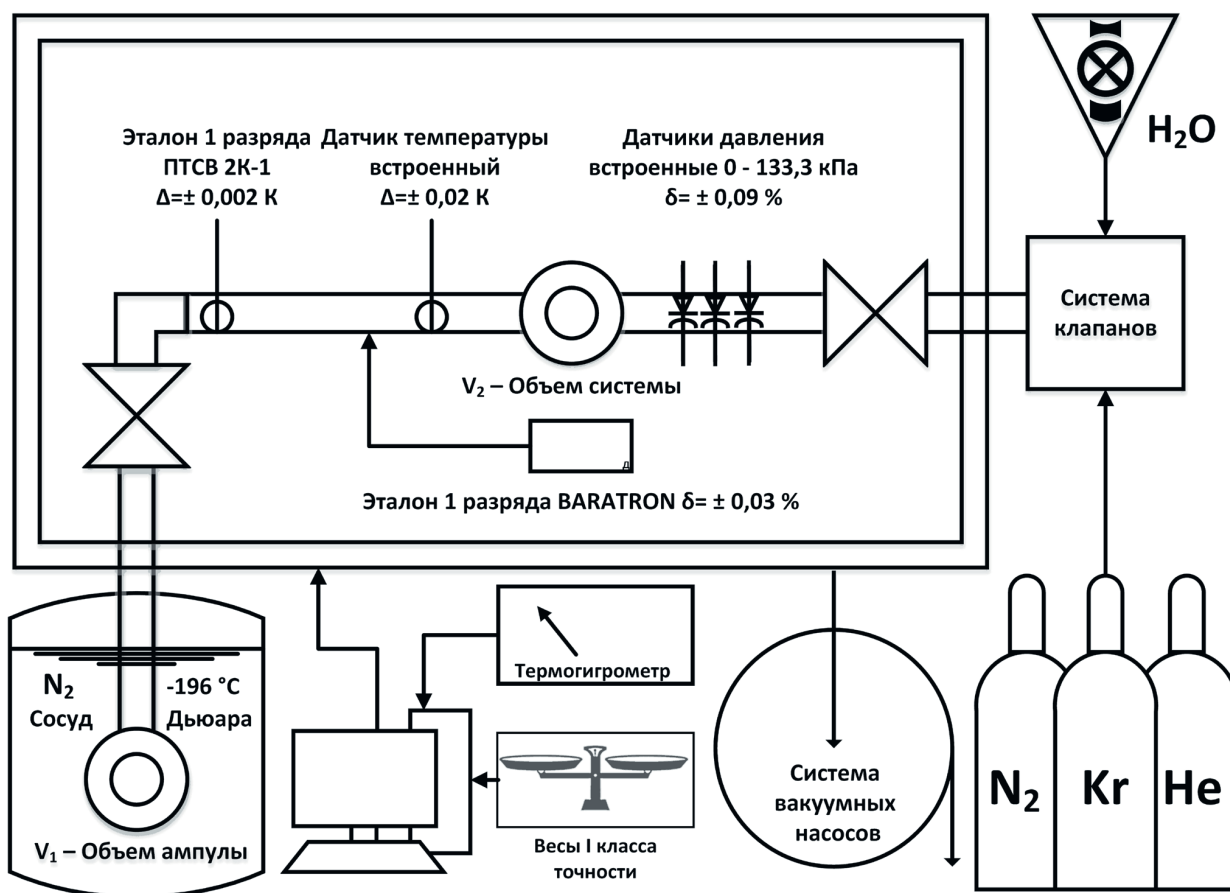


Рис. 1. Блок-схема воспроизведения единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ газодсорбционным методом

Fig. 1. Block diagram showing reproduction of units of specific gas adsorption, specific surface area, specific volume and pore size of solids using the gas adsorption method

Таблица 1. Метрологические характеристики ГЭТ 210-2014

Table 1. Metrological characteristics of the GET 210-2014

Наименование характеристики	Удельная		Удельный объем пор, см ³ /г	Размер пор, нм
	адсорбция, моль/кг	поверхность, м ² /г		
Диапазон измерений	0,001–250	0,10–2500,00	0,05–2,00	0,4–100,0
Относительное СКО результата измерений, S_0 , % (для пяти независимых измерений)	0,02–1,00	0,05–0,80	0,09–0,90	0,09–1,00
Границы относительной неисключенной систематической погрешности θ_0 , % ($P=0,95$)	0,2–1,00	0,4–1,1	0,1–1,1	0,4–1,5
Относительная стандартная неопределенность: типа А (для пяти независимых измерений) u_A , %; типа В u_B , %	0,02–1,00 0,09–0,50	0,05–0,80 0,2–0,6	0,09–0,90 0,05–0,60	0,09–1,00 0,2–0,8

Таблица 2. Метрологические характеристики ГСО 10449–2014 сорбционных свойств нанопористого оксида алюминия (Al₂O₃ СО УНИИМ)Table 2. Metrological characteristics of GSO 10449–2014, CRM for the sorption properties of nanoporous aluminum oxide (Al₂O₃ UNIIM CRM)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых значений аттестуемой характеристики СО	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95$, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО при $k=2$, %, не более
Удельная поверхность (БЭТ) S , м ² /г	100–300	±2,0	2,0
Удельный объем пор V , см ³ /г	0,2–1,0	±3,0	3,0
Средний диаметр пор $4V/S$, нм	5–20	±3,0	3,0
Удельная адсорбция азота A при $p/p_0=0,10$, моль/кг	1,5–2,5	±3,0	3,0
Удельная адсорбция азота A при $p/p_0=0,20$, моль/кг	2,0–3,0	±3,0	3,0
Удельная адсорбция азота A при $p/p_0=0,30$, моль/кг	2,5–4,0	±3,0	3,0
Удельная адсорбция азота A при $p/p_0=0,99$, моль/кг	15–25	±3,0	3,0

рованным программным обеспечением; весы лабораторные I (специального) класса точности; пикнометр газовый с возможностью поддержания заданной температуры в диапазоне от 18 до 35 °С и диапазоном измерений плотности твердых веществ и материалов от 2 до 23 г/см³; калибратор давления с датчиками абсолютного давления с пределами измерений 400 кПа и 400 МПа, пределы допускаемой приведенной погрешности абсолютного давления ±0,15 % и ±0,1 соот-

ветственно; индикатор для определения паров ртути в окружающем воздухе.

Метод ртутной порометрии является одним из методов исследования пористой структуры твердого тела. Он отличается большой универсальностью, так как позволяет получать сведения о пористой структуре в широком интервале размеров пор, а его расчетные уравнения отличаются простотой. Возможно также использовать этот метод для измерений удельной

Таблица 3. Метрологические характеристики ГСО 10735–2015 сорбционных свойств нанопористого углерода (С СО УНИИМ)

T a b l e 3. Metrological characteristics of GSO 10735–2015, CRM for the sorption properties of nanoporous carbon (S UNIIM CRM)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95$, %	Относительная расширенная неопределенность при $k=2$, %
Удельная поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$	от 30 до 60	± 4	4
Удельный объем пор, $\text{см}^3/\text{г}$	от 0,1 до 0,5	± 10	10
Средний диаметр пор, нм	от 10 до 20	± 10	10
Удельная адсорбция азота при температуре жидкого азота в диапазоне относительных давлений P/P_0 от $0,5 \cdot 10^{-3}$ до 0,992, моль/кг	от 0,05 до 10,0	± 10	10

Таблица 4. Метрологические характеристики ГСО 10734–2015 СО сорбционных свойств нанопористого цеолита (Zeolite СО УНИИМ)

T a b l e 4. Metrological characteristics of GSO 10734–2015, CRM for the sorption properties of nanoporous zeolite (Zeolite UNIIM CRM)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95$, %	Относительная расширенная неопределенность при $k=2$, %
Удельная поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$	от 500 до 1200	$\pm 3,0$	3,0
Удельный объем пор, $\text{см}^3/\text{г}$	от 0,1 до 0,5	$\pm 3,0$	3,0
Преобладающий диаметр пор, нм	от 0,4 до 0,9	$\pm 3,0$	3,0
Удельная адсорбция аргона при температуре жидкого аргона в диапазоне относительных давлений P/P_0 от $1,0 \cdot 10^{-6}$ до $1,0 \cdot 10^{-1}$, моль/кг	от 0,001 до 20,0	$\pm 30,0$ при P/P_0 ($1,0 \cdot 10^{-6} - 1,7 \cdot 10^{-4}$); $\pm 4,0$ при P/P_0 ($1,7 \cdot 10^{-4} - 1,0 \cdot 10^{-1}$)	30,0 при P/P_0 ($1,0 \cdot 10^{-6} - 1,7 \cdot 10^{-4}$); 4,0 при P/P_0 ($1,7 \cdot 10^{-4} - 1,0 \cdot 10^{-1}$)

Таблица 5. Метрологические характеристики ГСО 10900–2017 СО удельной поверхности кварцевого песка (QSIO2 СО УНИИМ)

T a b l e 5. Metrological characteristics of GSO 10900–2017, CRM for the specific surface of quartz sand (QSIO2 UNIIM CRM)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемых значений относительной погрешности при $P=0,95$, %	Относительная расширенная неопределенность при $k=2$ и $P=0,95$, %
Удельная поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$	от 0,2 до 1,0	± 4	4

поверхности дисперсных тел при условиях, когда порошок обладает сравнительно низкой поверхностной энергией и ртуть не смачивает поверхность его частиц, когда в них отсутствуют тупиковые поры и давление в порометре обеспечивает проникновение ртути в наи-

меньшие микропоры образца [4]. Объектами применения порометрии являются горные породы и руды, пигменты, углерод и графит, катализаторы и минералы, стекло, пленки, адсорбенты, удобрения, каменный уголь, фильтры, наполнители, ткани и волокна, про-

кладки батарей, волокнистые пластины, огнеупорные материалы, бумага, ядерное топливо, металлические шлаки и композитные материалы. Ртутные порозиметры определяют общий объем пор и распределение пор по размерам, общую площадь поверхности пор, средний диаметр пор, насыпную и истинную плотность. Метод ртутной порометрии основан на том, что ртуть, не смачивающая твердое тело, проникает в его поры лишь при воздействии внешнего давления. Поведение жидкости в пористых материалах зависит от ее взаимодействия с твердым телом, то есть от действия поверхностных сил. Это взаимодействие характеризуется краевым углом (контактным углом смачивания). Если $\theta < 90^\circ$ – жидкость по отношению к данному твердому телу называется смачивающей, если $\theta > 90^\circ$ – несмачивающей. Мениск смачивающей жидкости в капиллярах имеет вогнутую форму, жидкость под мениском находится под отрицательным давлением, величина которого выражается высотой ее подъема в капилляре. Мениск несмачивающей жидкости, наоборот, имеет выпуклую форму, жидкость под ним находится под положительным давлением, мерой которого является опускание жидкости в капилляре.

Для того чтобы ртуть вошла в цилиндрический капилляр или щелевидную пору и ее уровень сравнялся с уровнем плоской поверхности жидкости, необходимо приложить определенное давление. Зависимость давления, необходимого для введения несмачивающей жидкости в капилляр, от его радиуса или от полуширины щели, от природы жидкости (через величину поверхностного натяжения жидкости) и природы твердого тела (через величину краевого угла) выражается следующими формулами [4]:

$$r_p = -\frac{2\sigma \cos \theta}{\Delta P}, \quad (1)$$

$$b = -\frac{2\sigma \cos \theta}{\Delta P}, \quad (2)$$

где r_p – радиус цилиндрической поры, мкм;

b – ширина щелевидной поры, мкм;

ΔP – разность давлений в газовой и жидкой фазах, разделенных искривленным мениском, Па.

Следует отметить, что указанные соотношения относятся к модели непересекающихся цилиндрических или щелевидных пор, то есть их применение фактически дает представление не о реальной структуре пор в твердом теле, а о структуре пор в заменяющей идеализированной модели. Поэтому различие струк-

туры пор модели и реального образца зависит от того, насколько идеальная модель отличается от реальной модели формы пор в анализируемом веществе.

Методика измерений пористости методом ртутной порометрии заключается во введении ртути в предварительно вакуумированный сосуд с образцом и последовательном повышении давления. Уровень ртути в сосуде по мере ее проникновения в поры убывает, что измеряется на основе измерений емкости конденсатора, а давление – с помощью датчика давления. В результате описанного эксперимента можно построить график зависимости объема вдавленной ртути от давления, по давлению рассчитать размеры заполняемых пор и в итоге построить порограмму – график. Часто кривую вдавливания разбивают на интервалы и строят дифференциальную кривую делением приращения объема вдавленной ртути на изменение размера пор.

Результаты и их обсуждение

Результаты международных сличений

Для оценки измерительных и калибровочных возможностей в 2012 г. УНИИМ участвовал в межлабораторной аттестации CO CRM BAM P106 нанопористого диоксида титана производства BAM (Германия). В период 2013–2014 гг. были проведены пилотные сличения в области измерений характеристик (удельной адсорбции азота, удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор) нанопористых веществ (на основе диоксида кремния и оксида алюминия) по теме KOOMET 613/RU-a/13. По результатам проведенных исследований в базу данных МБМВ внесено 8 строк СМС в области измерений сорбционных свойств нанопористых оксидов титана и кремния (табл. 6) [13].

В период 2016–2017 гг. были проведены ключевые сличения CCQM K-136 в области измерений характеристик пористости (удельной адсорбции азота, удельной поверхности, удельного объема пор и размера пор) нанопористого оксида алюминия [14]. В 2017 г. по результатам ключевых сличений CCQM K-136 были подготовлены еще 8 строк калибровочных и измерительных возможностей по измерению удельной адсорбции азота, удельной поверхности, удельного объема и размера пор нанопористых оксида алюминия и технического углерода.

С 2017 г. по настоящее время проводятся ключевые сличения CCQM-K153 в области измерений удельной адсорбции азота и криптона непористым оксидом кремния при температуре жидкого азота, чтобы обеспечить прослеживаемость измерений удельной поверхности в соответствии с [16].

Таким образом, на сегодняшний день выполнены сличения для мезопористых веществ (ССQM K-136), непористых или макропористых веществ (ССQM-K153). Следующим этапом является проведение ключевых сличений для микропористых веществ. Положительные результаты этих сличений позволят закрыть все возможные измерительные и калибровочные возможности России для газо-адсорбционного метода. Предполагаемой матрицей для проведения сличений в области измерений удельной адсорбции аргона и дальнейшего вычисления преобладающего размера пор является цеолит $Na_{86}[(AlO_2)_{86}(SiO_2)_{106}] \cdot xH_2O$.

В 2018 г. проведены двухсторонние сличения между институтами ВАМ и УНИИМ по измерению характеристик пористости нанопористого оксида алюминия методом ртутной порометрии. Результаты двухсторонних сличений положительные, что может быть основой постановки новой темы ключевых сличений для метода ртутной порометрии под эгидой рабочей группы по анализу поверхности при МБМВ.

Сравнение измерительных возможностей ГЭТ 210-2014 с зарубежными аналогами

В табл. 7 представлены результаты сравнения измерительных и калибровочных возможностей ГЭТ 210-2014 с зарубежными аналогами, выполненного на основе анализа базы данных МБМВ [13] и официальных сайтов НМИ.

Таким образом, ГЭТ 210-2014 на основе газо-адсорбционного метода не уступает наилучшим мировым аналогам, но имеет ограниченный диапазон измерений размеров пор твердых веществ и материалов.

Перспективы совершенствования ГЭТ 210-2014 в 2017-2019 гг.

В состав ГЭТ 210-2014 планируется включение двух дополнительных эталонных установок:

– эталонная установка для измерений пористости и газопроницаемости на основе метода стационарной фильтрации;

– эталонная установка для измерений размеров макропор на основе метода ртутной порометрии.

Таблица 6. Измерительные и калибровочные возможности УНИИМ

Table 6. Calibration and measurement capabilities of UNIIM

Шифр СМС	Объект	Величина	Диапазон	
			измерений	расширенной неопределенности ($k=2$)
251-9.5-1	Диоксид титана	Удельная поверхность, м ² /г	50–150	1–4
251-9.5-2		Удельный объем пор, см ³ /г	0,1–0,4	0,006–0,01
251-9.5-3		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,2–2,0
251-9.5-4		Преобладающий диаметр пор, нм		0,2–5,0
251-9.5-5	Оксид кремния	Удельная поверхность, м ² /г	0,2–1500,0	0,2–25,0
251-9.5-6		Удельный объем пор, см ³ /г	0,1–1,5	0,006–0,03
251-9.5-7		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,04–2
251-9.5-8		Преобладающий диаметр пор, нм		0,08–4
251-9.5-9	Оксид алюминия	Удельная адсорбция азота, моль/кг	0,5–25,0	0,015–0,2
251-9.5-10		Удельная поверхность, м ² /г	1–300	0,02–6
251-9.5-11		Удельный объем пор, см ³ /г	0,1–1,0	0,002–0,02
251-9.5-12		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,4–2
251-9.5-13	Нанопористый углерод	Удельная адсорбция азота, моль/кг	0,1–25,0	0,001–0,3
251-9.5-14		Удельная поверхность, м ² /г	1–600	0,02–12
251-9.5-15		Удельный объем пор, см ³ /г	0,1–1,0	0,002–0,02
251-9.5-16		Средний диаметр пор, нм	2–100	0,4–2

Таблица 7. Сведения об измерительных и калибровочных возможностях на основе базы данных МБМВ, официальных сайтов НМИ и отчетов о разработке СО

Table 7. Information on the calibration and measurement capabilities based on the BIPM database, official NMI sites and reports on the development of RMs

НМИ, страна, шифр СМС, метод	Объекты	Величина, диапазон измерений	Расширенная неопределенность	Способ оказания калибровочных услуг
IRMM, Европейская комиссия, http://www.irmm.jrc.be , ртутная порометрия	Пористые стекла	Удельная поверхность (0,1–300) м ² /г	(0,68–6) м ² /г	BCR-170
IRMM, Европейская комиссия, http://www.irmm.jrc.be , ртутная порометрия	Цеолит	Удельный объем пор (0,2–0,3) см ³ /г	(0,002–0,006) см ³ /г	BCR-704 BCR-705
IRMM, Европейская комиссия, http://www.irmm.jrc.be , ртутная порометрия	Цеолит	Преобладающий диаметр пор (0,5–50) нм	(0,02–1) нм	BCR-704 BCR-705
NIST, США www.nist.gov , ртутная порометрия	Пористые стекла	Удельная поверхность (0,1–300) м ² /г	(0,68–6) м ² /г	SRM 2206 SRM 2207
NIST, США www.nist.gov , ртутная порометрия	Пористые стекла	Удельный объем пор (100–1000) мм ³ /г	(13–24) мм ³ /г	SRM 1917
NIST, США www.nist.gov , ртутная порометрия	Пористые стекла, оксид алюминия	Средний диаметр пор (4–7500) нм	(0,2–200) нм	SRM 1917
ВАМ, Германия I.1-Poro-1, газоадсорбционный метод	Неорганические материалы	Удельная поверхность (0,1–300) м ² /г	(0,01–6) м ² /г	Референтные измерения
ВАМ, Германия I.1-Poro-2, газоадсорбционный метод	Оксиды алюминия и кремния	Удельная поверхность (0,1–300) м ² /г	(0,01–6) м ² /г	BAM-PM-101, BAM-PM-102, BAM-PM-103, BAM-PM-104
ВАМ, Германия I.1-Poro-3, газоадсорбционный метод	Оксид алюминия и цеолит	Удельный объем пор (0,2–0,3) см ³ /г	(0,002–0,006) см ³ /г	BAM-PM-103, BAM-PM-104, ERM-FD-107
ВАМ, Германия I.1-Poro-4, газоадсорбционный метод	Оксид алюминия и цеолит	Средний и преобладающий диаметр пор (0,5–50) нм	(0,02–1) нм	BAM-PM-103, BAM-PM-104, ERM-FD-107
ВАМ, Германия I.1-Poro-5, ртутная порометрия	Пористые стекла, оксид алюминия	Удельный объем пор (100–1000) мм ³ /г	(13–24) мм ³ /г	ERM-FD 120 ERM-FD 121 ERM-FD 122 BAM-P127
ВАМ, Германия I.1-Poro-6, ртутная порометрия	Пористые стекла, оксид алюминия	Средний диаметр пор (4–7500) нм	(0,2–200) нм	ERM-FD 121 ERM-FD 122 ERM-FD 120 BAM-P127

НМИ, страна, шифр СМС, метод	Объекты	Величина, диапазон измерений	Расширенная неопределенность	Способ оказания калибровочных услуг
УНИИМ, Россия 251–9.5–1–251.9.5–16, газоадсорбционный метод	Диоксид титана Оксид кремния Оксид алюминия Нанопористый углерод	Удельная поверхность: (50–150) м ² /г (0,2–1500) м ² /г (1–300) м ² /г (1–600) м ² /г	(1–4) м ² /г (0,2–25) м ² /г (0,02–12) м ² /г (0,02–25) м ² /г	ГСО 9935–2011
	Диоксид титана Оксид кремния Оксид алюминия Нанопористый углерод	Удельный объем пор: (0,1–0,4) см ³ /г (0,1–1,5) см ³ /г (0,1–1,0) см ³ /г (0,1–1,0) см ³ /г	(0,006–0,01) см ³ /г (0,006–0,03) см ³ /г (0,002–0,02) см ³ /г (0,002–0,02) см ³ /г	ГСО 9935–2011
	Диоксид титана Оксид кремния Оксид алюминия Нанопористый углерод	Средний диаметр пор: (2–100) нм (2–100) нм (2–100) нм (2–100) нм	(0,2–2) нм (0,04–2) нм (0,4–2) нм (0,4–2) нм	ГСО 9935–2011
	Диоксид титана Оксид кремния	Преобладающий диаметр пор: (2–100) нм (2–100) нм	(0,2–5) нм (0,08–5) нм	ГСО 9935–2011

В настоящее время перечисленные установки уже смонтированы на базе УНИИМ, проводятся работы по установлению их метрологических характеристик. На основе проведенных исследований с применением эталонной установки для измерений пористости и газопроницаемости разработаны новые типы СО пористости и газопроницаемости (табл. 8, 9) [17].

Предварительные исследования метрологических характеристик эталонной установки для измерений характеристик пористости на основе метода ртутной порометрии проведены с применением зарубежных СО ERM-FD 122 и BAM-P 125, метрологические характеристики которых установлены назначенным институтом BAM (Германия), имеющим соответствующие строчки измерительных и калибровочных возможностей в базе данных МБМВ.

Метрологические характеристики СО пористых стекол ERM-FD 122 представлены в табл. 10.

Результаты измерений кривой интрузии (зависимость объема вдавленной ртути при повышении давления) на СО зарубежного производства ERM-FD 122, полученные с помощью эталонной установки на основе метода ртутной порометрии, приведены на рис. 2 и в табл. 11. Анализ данных табл. 11 показывает, что

эталонная установка удовлетворительно воспроизводит аттестованные значения СО ERM-FD 122, а оценки неопределенности измерений на эталонной установке сравнимы с неопределенностями аттестованных значений СО ERM-FD 122.

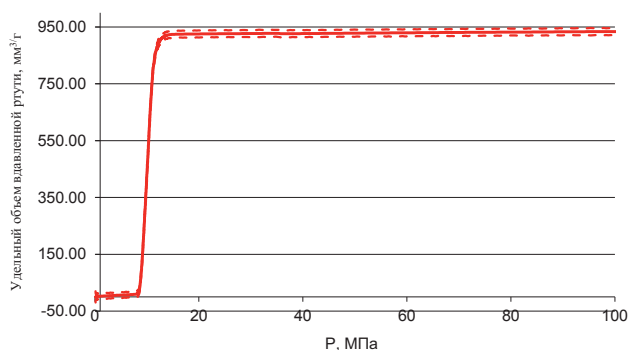


Рис. 2. Кривая интрузии на стандартном образце зарубежного производства ERM-FD 122 (сплошная линия – кривая интрузии, пунктирные линии соответствуют стандартной неопределенности типа B)

Fig. 2 An intrusion curve constructed based on measurement results of ERM-FD 122, a reference material of foreign manufacture (the solid line is the intrusion curve; the dashed lines correspond to type B standard uncertainty)

Таблица 8. Метрологические характеристики СО ГСО 10583–2015 открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторы) (комплект ОПТВ СО УНИИМ)

T a b l e 8. Metrological characteristics of GSO 10583–2015, CRM for open porosity of solids, materials (imitators) (OPTV UNIIM CRM set)

Аттестуемая характеристика	Индекс СО	Интервал допускаемых значений аттестуемой характеристики СО, %	Границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95$, %	Допускаемые значения расширенной неопределенности аттестованного значения СО при $k=2$, %
Открытая пористость, %	ОПТВ-1	от 4 до 6	$\pm 0,05$	0,05
	ОПТВ-2	от 9 до 11		
	ОПТВ-3	от 19 до 21		
	ОПТВ-4	от 29 до 31		
	ОПТВ-5	от 49 до 51		

Таблица 9. Метрологические характеристики стандартного образца ГСО 10799–2016 газопроницаемости горных пород (имитаторы) (комплект ГП СО УНИИМ)

T a b l e 9. Metrological characteristics of GSO 10799–2016, CRM for gas permeability of rocks (imitators) (GP UNIIM CRM set)

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых значений аттестуемой характеристики СО	Границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения СО при $P=0,95$, %	Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности аттестованного значения СО при $k=2$, %
Коэффициент газопроницаемости, 10^{-3} мкм ² (мД)	от 0,1 до 5000	± 3	3

Таблица 10. Метрологические характеристики СО пористых стекол ERM-FD 122

T a b l e 10. Metrological characteristics of the CRM of porous glasses (ERM FD 122)

Наименование аттестованной характеристики	Аттестованное значение	Расширенная неопределенность аттестованного значения ($k=2$)
Удельный объем пор при 100 МПа, мм ³ /г	919,7	16,8
Удельный объем пор при 195 МПа, мм ³ /г	922,5	17,5
Удельный объем пор при 200 МПа, мм ³ /г	922,6	17,5
Удельный объем пор при 395 МПа, мм ³ /г	924,4	17,2
Средняя ширина пор, нм	139,0	3,7
Преобладающая ширина пор, нм	140,2	3,9

Исследования метрологических характеристик эталонной установки по возможности измерений размера пор на микроном уровне проведено с помощью СО мембраны ВАМ-Р 125, метрологические характеристики которого представлены в табл. 12.

Результаты измерений характеристик пористости на СО зарубежного производства ВАМ-Р125 приведены в табл. 13. Анализ данных табл. 13 показывает, что

эталонная установка удовлетворительно воспроизводит аттестованные значения СО ВАМ-Р125. В дальнейшем для передачи единиц величин, характеризующих пористость твердых веществ от эталонной установки на основе метода ртутной порометрии, планируется разработка нескольких СО для проверки как установок, работающих при низком давлении до 0,4 МПа (измерения на уровне микроновых значений размеров пор),

Таблица 11. Сводные данные по измерению характеристик пористости СО ERM-FD 122

Table 11. Summary data on measuring the porosity characteristics of CRM ERM-FD 122

Дата проведения измерений	V(P=100 МПа), мм ³ /г	V(P=195 МПа), мм ³ /г	V(P=200 МПа), мм ³ /г	V(P=395 МПа), мм ³ /г	V, мм ³ /г	Средняя ширина пор, нм	Преобладающая ширина пор, нм
25.10.2017	932,7	936,4	936,4	936,7	936,7	145,7	148,0
27.10.2017	915,3	916,8	916,9	917,8	923,9	138,1	138,6
30.10.2017	–	–	–	–	–	–	138,9
31.10.2017	–	–	–	–	–	–	142,5
03.11.2017	920,4	922,7	922,7	922,7	922,7	137,5	141,2
Среднее	922,8	925,3	925,3	925,7	927,7	140,4	141,8
uA	5,2	5,8	5,8	5,7	4,5	2,6	1,7
uB	12,0	12,1	12,6	12,1	12,6	2,9	2,9
uc	13,1	13,4	13,9	13,4	13,4	3,9	3,4
U(k=2)	26,1	26,8	27,7	26,7	26,7	7,9	6,7
Uo(k=2), %	2,8	2,9	3,0	2,9	2,9	5,7	4,8
Аттестованное значение ERM-FD 122	919,7	922,5	922,6	924,4	–	139	140,2
Расширенная неопределенность аттестованного значения ERM-FD 122	16,8	17,5	17,5	17,2	–	3,7	3,9
En	0,1	0,1	0,1	0,0	–	0,2	0,2
Заключение	Удовлетворительно	Удовлетворительно	Удовлетворительно	Удовлетворительно	–	Удовлетворительно	Удовлетворительно

Примечание: в таблице использованы следующие сокращения: u_A – стандартная неопределенность типа A; u_B – стандартная неопределенность типа B; u_C – суммарная стандартная неопределенность; $U_o(k=2)$ – относительная расширенная неопределенность при $k=2$; E_n – критерий качества результатов измерений; $V(P=100 \text{ МПа})$ – удельный объем вдуваемой ртути при давлении 100 МПа, V – удельный объем пор.

Таблица 12. Метрологические характеристики стандартного образца мембраны BAM-P 125

Table 12. Metrological characteristics of the certified reference material of membrane (BAM P 125)

Наименование аттестованной характеристики	Аттестованное значение	Расширенная неопределенность аттестованного значения ($k=2$)
Y1 (удельный объем пор при 0,88 МПа), мм ³ /г	207,9	0,9
Y2, МПа	0,2646	0,0011
Y3, МПа	0,1366	0,0015
P50, МПа	0,2554	0,0008
Средняя ширина пор, мкм	5,797	0,180

Примечание:
Y1 – удельный объем пор при 0,88 МПа (величина удельного объема насыщения);
Y2 – давление, соответствующее 57,5 % от удельного объема насыщения;
Y3 – разность давлений, соответствующих 87,5 % и 25 % от удельного объема насыщения;
P50 – давление, соответствующее 50 % от удельного объема насыщения.

так и установок, работающих при высоком давлении до 400 МПа (измерения макро- и мезопор). В качестве кандидатов в материалы СО в настоящее время иссле-

дуются мезопористый оксид алюминия с размером пор (12–13) нм и керамические мембраны с размерами пор (5–10) мкм.

Таблица 13. Сводные данные по измерению характеристик пористости СО BAM-P125

Table 13. Summary data on measuring the porosity characteristics of CRM BAM-P125

Обозначение характеристики	Y2, МПа	Y3, МПа	P50, МПа	Y1, мм ³ /г	Средняя ширина пор, нм
Среднее	0,2516	0,1289	0,2420	213,7	6032,4
uA	0,0050	0,0026	0,0048	2	60
uB	0,0005	0,0006	0,0002	7,0	12,1
uc	0,0051	0,0026	0,0048	7,3	61,5
U(k=2)	0,0101	0,0053	0,0097	14,6	123,0
Uo(k=2), %	4,0	4,1	4,0	6,8	2,0
Аттестованное значение BAM-P125	0,2646	0,1366	0,2554	207,9	5796
Расширенная неопределенность аттестованного значения BAM-P125	0,0135	0,0179	0,00940	11,0	215
En	-0,8	-0,4	-1,0	0,3	1,0
Заключение	Удовлетворительно	Удовлетворительно	Удовлетворительно	Удовлетворительно	Удовлетворительно
Примечание: в таблице использованы следующие сокращения: u_A – стандартная неопределенность типа A; u_B – стандартная неопределенность типа B; u_C – суммарная стандартная неопределенность; $U_o(k=2)$ – относительная расширенная неопределенность при $k=2$; E_n – критерий качества результатов измерений; Y1 – удельный объем пор при 0,88 МПа (величина удельного объема насыщения); Y2 – давление, соответствующее 57,5 % от удельного объема насыщения; Y3 – разность давлений, соответствующих 87,5 % и 25 % от удельного объема насыщения; P50 – давление, соответствующее 50 % от удельного объема насыщения.					

Выводы

В настоящее время ГЭТ 210-2014 обеспечивает воспроизведение и передачу единиц удельной адсорбции газов в диапазоне 0,001–250 моль/кг, удельной поверхности в диапазоне 0,1–2500 м²/г, удельного объема пор в диапазоне 0,05–2,0 см³/г, размера пор в диапазоне 0,4–100 нм с точностью на уровне мировых аналогов 0,4–2,0 %. Для расширения измерительных и калибровочных возможностей эталона в период 2017–2019 гг. планируется включение в состав двух новых эталонных установок, реализующих методы стационарной фильтрации газов и ртутной порометрии.

В настоящее время обе эталонные установки смонтированы, проводятся исследования их метрологических характеристик, а также прорабатывается вопрос о передаче единиц величин, характеризующих пористость твердых веществ и материалов, от данных установок к рабочим средствам измерений. Разработаны и опробованы алгоритмы расчета неопределенности

воспроизводимых на эталонных установках величин, характеризующих пористость твердых веществ. Адекватность разработанных алгоритмов подтверждена результатами участия в 4 международных сличениях, измерений СО зарубежного производства, а также итогами участия в 6 раундах межлабораторных сличительных испытаниях.

Совершенствование эталона позволит обеспечить метрологическое обеспечение СИ и методик измерений сорбционных свойств, пористости, газопроницаемости твердых веществ и материалов в различных отраслях промышленного производства. При этом обеспечивается метрологическая независимость Российской Федерации и осуществляется импортозамещение дорогостоящих зарубежных СО.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи

ЛИТЕРАТУРА

1. Карнаухов А. П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука. Сиб. предприятие РАН, 1999. 470 с.
2. Paul A. Webb and Orr C. Clyde Analytical Methods in Fine Particle Technology. 1997. Micromeritics corporation, 301 p.
3. Фенелонов В. Б. Введение в основы адсорбции и текстурологии. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2004.
4. Грек С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость. Пер. с англ., 2-е изд. М.: Мир, 1984. 306 с.
5. Sing K. S. W., Everett D. H., Haul R. A.W., Moscou L., Pierotti R. A., Rouquerol J., Siemieniewska T. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984) // Pure Appl. Chem. 1985. V. 57. No 4. P. 603–619.
6. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [Офиц. сайт]. <http://www.fundmetrology.ru/default.aspx>.
7. Об утверждении Государственного первичного эталона единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов: Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 января 2015 г. № 128.
8. ASTM D 4222–03(2008). Standard test method for determination of nitrogen adsorption and desorption isotherms of catalysts and catalyst carriers by static volumetric measurements.
9. DIN 66131. Determination of specific surface area of solids by gas adsorption using the method of Brunauer, Emmett and Teller (BET).
10. ISO 15901–2:2006. Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption – Part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption.
11. Badalyan A., Pendleton P. Analysis of uncertainties in manometric gas adsorption measurements. Propagation of Uncertainties in BET Analyses // Lanmiur. 2003. № 19. P. 7919–7928.
12. Stefanidou M. Methods for porosity measurement in lime-based mortars // Construction and Building Materials. 2010. V. 24. I. 12, pp. 2572–2578. Doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.05.019
13. BIPM [Офиц. сайт]. <http://www.bipm.org> (дата обращения 09.04.2015)
14. Sobina E., Zimathis A., Prinz C., Emmerling F., Unger W., R. de Santis Neves, Galhardo C. E., E. De Robertis, Wang H., Mizuno K. and Kurokawa A. Final report of CCQM-K136 Measurement of porosity properties (specific adsorption, BET specific surface area, specific pore volume and pore diameter) of nanoporous Al₂O₃ // Metrologia, 2016, Vol.53, № 1a, C. 1–39. DOI: 10.1088/0026–1394/53/1A/08014

REFERENCES

1. Karnaukhov A. P. Adsorption. Texture of Dispersed and Porous Materials. Nauka, Siberian Branch, Novosibirsk, 1999, 470 p. (In Russ.).
2. Webb P. A. and Orr C. Analytical Methods in Fine Particle Technology. Micromeritics Corp., 1997, 301 p.
3. Fenolonov V. B. Introduction to the Elements of Adsorption and Texturology, Izd. SO RAN, Novosibirsk, 2004. (In Russ.).
4. Gregg S. and Sing K. Adsorption, specific surface, porosity, Mir, Moscow (1984). (In Russ.).
5. Sing K. S. W., Everett D. H., Haul R. A.W., Moscou L., Pierotti R. A., Rouquerol J., Siemieniewska T. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984). Pure Appl. Chem. 1985; 57(4): 603–619.
6. Federal Information Foundation for the Support of Uniformity of Measurements. Available at: www.fundmetrology.ru/default.aspx. (In Russ.)
7. Decree of the Federal Agency for Technical Regulation and Metrology «On approval of the State Primary Measurement Standard for units of specific gas absorption, specific surface area, specific volume, and pore size of solid substances and materials» No. 128 of 29/01/2015.
8. ASTM D 4222–03(2008). Standard test method for determination of nitrogen adsorption and desorption isotherms of catalysts and catalyst carriers by static volumetric measurements.
9. DIN 66131. Determination of specific surface area of solids by gas adsorption using the method of Brunauer, Emmett and Teller (BET).
10. ISO 15901–2:2006. Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption – Part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption.
11. Badalyan A., Pendleton P. Analysis of uncertainties in manometric gas adsorption measurements. Propagation of Uncertainties in BET Analyses. Lanmiur. 2003; (19): 7919–7928.
12. Stefanidou M. Methods for porosity measurement in lime-based mortars. Construction and Building Materials. 2010; 24 (12): 2572–2578. Doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.05.019
13. BIPM. Available at: www.bipm.org
14. Sobina E., Zimathis A., Prinz C., Emmerling F., Unger W., R. de Santis Neves, Galhardo C. E., E. De Robertis, Wang H., Mizuno K. and Kurokawa A. Final report of CCQM-K136 Measurement of porosity properties (specific adsorption, BET specific surface area, specific pore volume and pore diameter) of nanoporous Al₂O₃. Metrologia. 2016; 53(1a): 1–39. DOI: 10.1088/0026–1394/53/1A/08014.

15. Собина Е. П. Разработка аттестованного стандартного образца нанопористого оксида алюминия. // Измерительная техника. 2016. № 8. С. 68–72.

16. ISO 9277:2010 Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption – BET method // ISO [Электронный ресурс]. URL: www.iso.org/standard/44941.html

17. Собина Е. П. Разработка комплекта стандартных образцов открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторов) // Стандартные образцы, 2016, № 2. С. 36–43.

15. Sobina E. P. Development of a certified standard reference sample of nanoporous aluminum oxide. Measurement Techniques. 2016; 59 (8): 892–898. (In Russ.).

16. ISO 9277:2010 Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption – BET method. Available at: URL: www.iso.org/standard/44941.html

17. Sobina E. P. Development of certified reference materials set for opened porosity of solid substances and materials (imitators). Reference materials. 2016; (2): 36–43. (In Russ.).
DOI: 10.20915/2077-1177-2016-0-2-36-43

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Собина Егор Павлович – канд. хим. наук, заместитель директора по инновациям, заведующий лабораторией метрологического обеспечения и nanoиндустрии Уральского научно-исследовательского института метрологии, член-корреспондент Метрологической академии.

Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
e-mail: 251@uniim.ru
ORCID: 39062306800

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Egor P. Sobina – Ph.D (Chem.), Deputy Director for Innovation, Head of laboratory of metrological assurance and nanoindustry, Ural Research Institute for Metrology (UNIIM), corresponding member of the Russian Academy of Metrology.

4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, Russian Federation
e-mail: 251@uniim.ru
ORCID: 39062306800

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ КАТАЛИТИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ КАК СРЕДСТВО ОБЕСПЕЧЕНИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ. КАТАЛ

© Е. В. Кулябина¹, О. Н. Мелкова¹, Е. А. Гуськова¹, Т. В. Гребенникова²

¹ ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»),
г. Москва, Российская Федерация
E-mail: kuliabina@vniims.ru, ORCID: 0000-0002-6076-4569

² ФГБУ «Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почетного академика
Н. Ф. Гамалеи» Министерства здравоохранения Российской Федерации
(ФГБУ «НИЦЭМ им. Н. Ф. Гамалеи» Минздрава России),
г. Москва, Российская Федерация
E-mail: t_grebennikova@mail.ru

Поступила в редакцию 15 января 2018 г., после доработки – 10 марта 2018 г.

Принята к публикации – 10 апреля 2018 г.

Введение. В данной статье рассматриваются вопросы метрологического обеспечения измерений каталитической активности. Приведены характеристики Государственного первичного специального эталона единицы каталитической активности – КАТАЛ. Рассмотрена роль стандартных образцов в обеспечении метрологической прослеживаемости результатов измерений.

Материалы и методы. Метод измерений концентрации рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* и рекомбинантного белка GP вируса Эбола, заключающийся в использовании «сэндвич» варианта иммуноферментного анализа, аттестован ФГУП «ВНИИМС» в качестве методики измерений. Испытанные ФГУП «ВНИИМС» стандартные образцы массовой концентрации рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* в фосфатно-солевом растворе, массовой концентрации рекомбинантного белка GP вируса Эбола и массовой концентрации рекомбинантного токсина *Clostridium Difficile* могут применяться для разработки и производства соответствующих контрольных образцов, при проведении измерений для сличений.

Результаты исследования. Приведены основные реакции метода измерений каталитической активности катализаторов гетерогенных процессов, которые применяются и для осуществления процессов очистки выхлопных газов.

Обсуждения и заключения. Таким образом, созданы условия для построения иерархий калибровок востребованных объектов, установленных на основе Перечня критических технологий Российской Федерации, государственных программ развития отраслей промышленности.

Ссылка при цитировании:

Кулябина Е. В., Мелкова О. Н., Гуськова Е. А., Гребенникова Т. В. Стандартные образцы каталитической активности как средство обеспечения метрологической прослеживаемости результатов измерений. КАТАЛ // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 1-2. С. 25–32. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-25-32.

For citation:

Kulyabina E. V., Melkova O. N., Guskova E. A., Grebennikova T. V. Reference materials of catalytic activity as a means of ensuring the metrological traceability of measurement results. KATAL. Reference materials. 2018;14(1-2): 25–32 (In Russ.). DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-25-32.

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

Ключевые слова: метрологическая прослеживаемость, государственный первичный эталон катал, каталитическая активность, каталитическая концентрация, лабораторная медицина, стандартные образцы биосред, гетерогенные твердотельные катализаторы, иерархии калибровок

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-25-32

REFERENCE MATERIALS OF CATALYTIC ACTIVITY AS A MEANS OF ENSURING THE METROLOGICAL TRACEABILITY OF MEASUREMENT RESULTS. KATAL

© Elena V. Kulyabina¹, Olga N. Melkova¹, Ekaterina A. Guskova¹, Tatiana V. Grebennikova²

¹ All-Russian Research Institute of Metrological Service (VNIIMS), Moscow, Russian Federation
E-mail: kuliabina@vniims.ru, ORCID 0000-0002-6076-4569

² N. F. Gamaleya Federal Research Center for Epidemiology and Microbiology of the Ministry of Health of the Russian Federation (NITSEM named after N. F. Gamaleya of the Ministry of Health of the Russian Federation), Moscow, Russian Federation
E-mail: t_grebennikova@mail.ru

Received – 15 January 2018; Revised – 10 March 2018

Accepted for publication – 10 April 2018.

Introduction. The article considers the problems of metrological support of catalytic activity measurements. The paper gives certain characteristics of the State Primary Special Measurement Standard for the unit of catalytic activity – KATAL and examines the role of reference materials (RMs) in ensuring the metrological traceability of measurement results.

Materials and methods. A method for measuring the concentration of the recombinant protective antigen of *Bacillus anthracis* and the recombinant GP-protein of the Ebola virus, which means in using «sandwich» enzyme-linked immunosorbent assay, was certified by FGUP «VNIIMS» as a measurement procedure. The following RMs tested by FGUP «VNIIMS» can be used for the development and production of appropriate control samples when performing measurements for comparisons: the RM for the mass concentration of the recombinant protective antigen of *Bacillus anthracis* in phosphate-saline solution, the RM for the mass concentration of the recombinant GP-protein of the Ebola virus, and the RM for the mass concentration of recombinant *Clostridium Difficile* toxin.

Results. The paper presents the main reactions of the method for measuring the catalytic activity of catalysts for heterogeneous processes, which are also used to carry out exhaust gas cleaning processes.

Discussion and conclusions. Thus, conditions have been created for building hierarchies of calibrations of in-demand objects established on the basis of the List of Critical Technologies of the Russian Federation, state programs for the development of industrial sectors.

Keywords: metrological traceability, State Primary Measurement Standard katal, catalytic activity, catalytic concentration, laboratory medicine, reference materials of biological media, heterogeneous solid-state catalysts, calibration hierarchies

Используемые сокращения:

ИФА – иммуноферментный анализ
ИРС – поток исходной реакционной смеси
КРС – поток конечной (контактной) реакционной смеси
ПЦР – проточно-циркуляционный реактор

Abbreviations used in the article:

ELISA – enzyme-linked immunosorbent assay
IRM – flow of the initial reaction mixture
FRM – flow of the final (contact) reaction mixture
CFR – circulating flow reactor

Введение

Каждый человек жаждет быть здоровым, жить долго и счастливо полноценной, насыщенной жизнью.

Правда, существуют люди, которые оспаривают эту точку зрения. Но все же мы будем придерживаться того мнения, что для каждого человека важно иметь

достоверную информацию о состоянии его организма, включая результаты анализов, постановку диагнозов и назначение адекватного лечения. Понятно, что для этого должна существовать сильная система здравоохранения, которая у нас создана, но также совершенно необходимо существование и полноценная работа метрологической системы в лабораторной медицине, обеспечение метрологической прослеживаемости результатов измерений.

В соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [1] понятие «прослеживаемость» – это свойство эталона единицы величины, средства измерений или результата измерений, заключающееся в документально подтвержденном установлении их связи с государственным первичным эталоном или национальным первичным эталоном иностранного государства соответствующей единицы величины посредством сличения эталонов единиц величин, поверки, калибровки средств измерений

Метрологическая прослеживаемость [2] – свойство результата измерения, с его помощью результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь калибровок, каждая из которых вносит вклад в неопределенность измерений.

Свою роль мы видим в обеспечении условий для повышения качества получаемых результатов анализов, а также в обеспечении всесторонней метрологической поддержки клинико-диагностических, химико-токсикологических и лабораторий, проводящих измерения параметров организма человека.

Поставленная цель достигается путем разработки Государственного первичного специального эталона единицы каталитической активности – катал, участия в международных сличениях, разработки стандартных

образцов (СО) анализируемых субстанций в сыворотке, плазме крови, разработки и аттестации методик измерений и референтных методик измерений, создания цифровой метрологии для лабораторной медицины.

Метрологические характеристики экспериментального образца Государственного первичного специального эталона единицы каталитической активности биологических и химических веществ – катал приведены в табл. 1 [3].

Вопрос разработки СО, которые должны соответствовать измерительным задачам, быть коммутабельными аналиту для обеспечения измерений каталитической активности, стоит довольно остро.

Изготовители и разработчики современных методов и средств диагностики сталкиваются с необходимостью метрологического обеспечения своих разработок при испытаниях, поверке и калибровке новых средств измерений, апробации разрабатываемых методик.

Для таких средств измерений метрологическую прослеживаемость целесообразно обеспечивать с помощью растворов с известной каталитической активностью (каталитической концентрацией), известной концентрацией целевых аналитов, утвержденных в качестве СО.

Зарубежные изготовители выпускают для заводских испытаний своих анализаторов калибровочные смеси, которые потенциально могут использоваться для метрологического обеспечения современных приборов, но они дорогостоящи, их состав, как правило, является коммерческой тайной, что затрудняет их утверждение в качестве СО.

Наша лаборатория метрологического обеспечения биологических и информационных технологий со своей стороны вносит посильный вклад в решение этой проблемы. В 2018 г. запланировано начать разработку и испытания СО каталитической активности ряда

Таблица 1. Метрологические характеристики Государственного первичного специального эталона единицы каталитической активности биологических и химических веществ – катал

Table 1. Metrological characteristics of the State Primary Special Measurement Standard for the unit of catalytic activity of biological and chemical substances, katal

Наименование метрологических и технических характеристик	Значение величины метрологических и технических характеристик
Диапазон измерений каталитической активности (каталитической концентрации) биологических веществ, кат/дм ³	от $7,8 \cdot 10^{-7}$ до $9,4 \cdot 10^{-6}$
Диапазон измерений каталитической активности (удельной каталитической активности) химических веществ, кат/г	от $1 \cdot 10^{-8}$ до $2 \cdot 10^{-7}$
Расширенная неопределенность измерений каталитической активности ($k=2$), %	от 0,5 до 4

ферментов классов оксидоредуктаз и гидролаз, предназначенных для передачи единицы каталитической активности, калибровки и поверки биоаналитических средств измерений.

Совместно с ФГБУ «ФНИЦЭМ им. Н. Ф. Гамалеи» Минздрава России в 2017 г. также были утверждены три СО – массовой концентрации рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* в фосфатно-солевом растворе, массовой концентрации рекомбинантного белка GP вируса Эбола и массовой концентрации рекомбинантного токсина *Clostridium Difficile*, имеющие метрологические характеристики, приведенные в табл. 2.

Материалы и методы СО биосред

Испытания СО массовой концентрации рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* и массовой концентрации рекомбинантного белка GP вируса Эбола проходили в рамках метрологического обеспечения опытных образцов тест-систем «Моноклон-Био», предназначенных для индикации и идентификации патогенных биологических агентов на основе панели моноклональных антител.

Система основана на методе определения малых концентраций специфических антигенов с использованием «сэндвич» варианта иммуноферментного ана-

лиза (ИФА), включающего три основных этапа: образование иммунного комплекса «антиген (исследуемое вещество) – специфическое к нему антитело» или наоборот; формирование связи конъюгата с образовавшимся на предыдущем этапе иммунным комплексом или со свободными местами связывания (детерминантами); преобразование субстрата под действием ферментной метки в регистрируемый сигнал в результате биохимической реакции.

В состав тест-системы входит 20 индивидуальных упаковок со специфическими компонентами к каждому из искомых патогенных биологических агентов и неспецифические компоненты. В системе используется утвержденного типа планшетный спектрофотометр вертикального сканирования со светофильтром на 450 нм, фотометры для микропланшетов imark производства фирмы Bio-Rad (США). Для обеспечения метрологической прослеживаемости данной системы была разработана и аттестована методика измерений, которая определила взаимосвязь измеренной оптической плотности с концентрацией аналита. Для апробации и контроля точности методики измерений были разработаны, изготовлены и испытаны с целью утверждения типа СО массовой концентрации рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* в фосфатно-солевом растворе и СО массовой концентрации рекомбинантного белка GP вируса Эбола.

Таблица 2. Метрологические характеристики стандартных образцов биосред, испытанных нашей лабораторией в 2017 г.¹

Table 2. Metrological characteristics of certified reference materials of biological media tested by our laboratory in 2017

Наименование аттестуемой характеристики	Интервал допускаемых аттестованных значений, нг/мл	Границы допускаемых значений относительной погрешности δ , при $P = 0,95$, %
ГСО 10922–2017 Массовая концентрация рекомбинантного протективного антигена <i>Bacillus anthracis</i>	от 20 до 30	± 22
ГСО 10921–2017 Массовая концентрация рекомбинантного белка GP вируса Эбола	от 20 до 30	± 22
ГСО 10920–2017 Массовая концентрация рекомбинантного токсина <i>Clostridium Difficile</i>	(от 500 до 1000) нг/мкл	± 7

¹ ГСО 10920–2017 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕКОМБИНАНТНОГО ТОКСИНА *CLOSTRIDIUM DIFFICILE* В ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ БУФЕРЕ // Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389281>

ГСО 10921–2017 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕКОМБИНАНТНОГО БЕЛКА GP ВИРУСА ЭБОЛА В ФОСФАТНО-СОЛЕВОМ РАСТВОРЕ // Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389280>

ГСО 10922–2017 СО МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕКОМБИНАНТНОГО ПРОТЕКТИВНОГО АНТИГЕНА *BACILLUS ANTHRACIS* В ФОСФАТНО-СОЛЕВОМ РАСТВОРЕ // Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/389279>

Применялся фотометрический метод измерений. Диапазон измерений концентрации составлял от 20 нг/мл до 30 нг/мл.

Перед проведением измерений концентрации препарата для контроля точности методики проводили измерение «нулевой» пробы, то есть пробы, не содержащей белок.

Измерения концентрации рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* и рекомбинантного белка GP вируса Эбола в соответствующих контрольных образцах проводили с помощью компонентов тест-системы «Моноклон-Био».

Продолжительность анализа составила 3,5–4 часа. Сразу после остановки реакции оптическую плотность измеряли в каждой лунке при 450 нм (A_{450}) на спектрофотометре.

Результаты исследования

По данным титрования строили калибровочную кривую, где по оси абсцисс откладывали значение концентрации белка СО, а по оси ординат – значение оптической плотности на длине волны 450 нм.

Построенную калибровочную кривую использовали для обработки результатов измерений. Величина сигнала A_{450} , находящаяся в диапазоне 1,000–1,500, соответствовала концентрации белка рекомбинантного протективного антигена *Bacillus anthracis* или рекомбинантного белка GP вируса Эбола в положительных контрольных образцах (К+) в пределах 20,0–30,0 нг/мл. Данная методика и СО могут применяться для разработки и производства соответствующих контрольных образцов, при проведении измерений для ключевых

и пилотных сличений, межлабораторных сличительных испытаний, калибровки и поверки средств измерений аналитического назначения.

В наши планы также входят испытания СО каталитической активности катализаторов гетерогенных процессов, которые применяются, в том числе для осуществления процессов очистки выхлопных газов.

Качество твердотельных катализаторов в первую очередь определяется их активностью, которая, в свою очередь, зависит от комплекса различных показателей, таких как концентрация компонентов, площадь поверхности, размер гранул катализатора и др.

В 2018 г. планируется испытать стандартные образцы алюмомагнийхромового катализатора ИК-12–72 и оксидного алюмомарганцевого катализатора ИКТ-12–40, разработанные Институтом катализа им. Г. К. Борескова СО РАН (Россия), где каталитическая активность будет выражена в удельных единицах каталитической активности – в каталах, отнесенных к граммам катализатора.

Алюмомагнийхромовый катализатор ИК-12–72

Алюмомагнийхромовый катализатор ИК-12–72 представляет собой шарики темно-зеленого цвета диаметром 1,0–1,6 мм. В состав катализатора входят Cr_2O_3 , MgO , остальное Al_2O_3 . Диапазон каталитической активности (удельной каталитической активности) алюмомагнийхромового катализатора ИК-12–72: от $8,8 \cdot 10^{-8}$ до $9,5 \cdot 10^{-8}$ кат/г. Абсолютная погрешность ($k=2$): $1,5 \cdot 10^{-8}$ кат/г.

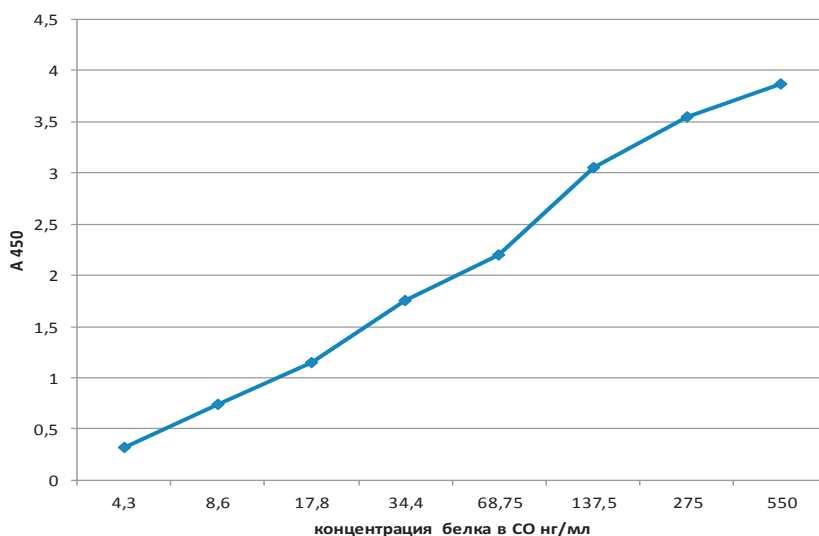


Рис. 1. Калибровочная кривая, отражающая зависимость показателя A_{450} от концентрации белка в СО
Fig. 1. A calibration curve reflecting dependence of A_{450} on protein concentration in the CRM

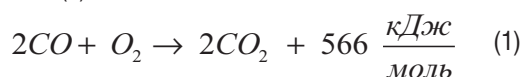
Оксидный алюмомарганцевый катализатор ИКТ-12-40

Оксидный алюмомарганцевый катализатор ИКТ-12-40 представляет собой цилиндры диаметром 3 мм и длиной 3–5 мм. В состав катализатора входят Mn_2O_3 и Al_2O_3 . Диапазон каталитической активности (удельной каталитической активности) оксидного алюмо-марганцевого катализатора ИКТ-12-40: от $3,8 \cdot 10^{-8}$ до $5,3 \cdot 10^{-8}$ кат/г. Абсолютная погрешность ($k=2$): $0,7 \cdot 10^{-8}$ кат/г.

Нормируемой метрологической характеристикой СО гетерогенных процессов является удельная каталитическая активность. Методика измерений удельной каталитической активности данных катализаторов предусматривает измерение значения каталитической активности в реакции полного окисления оксида углерода молекулярным кислородом воздуха при постоянной температуре. Для постановки методики используются следующие средства измерений и вспомогательное оборудование: каталитическая установка «СОЛО» (Россия), газовый хроматограф, аналитические весы и лабораторный термометр.

При проведении измерений на каталитическую установку с помощью дозаторов воздуха подаются три исходных газа – кислород, оксид углерода, азот. Создаются потоки этих газов, которые перемешиваются с образованием потока исходной реакционной смеси (ИРС), скорость подачи газов изменяется по заданию оператора в ходе экспериментов. Поток исходной реакционной смеси проходит через проточно-циркуляционный реактор (ПЦР). Основными частями блока ПЦР являются термостатированный проточный трубчатый реактор и циркуляционный насос. Внутри реактора размещается исследуемый образец в виде слоя зернистого катализатора. При контакте реакционной смеси с поверхностью нагретого катализатора часть исходных веществ превращается в продукты реакции согласно уравнению (1) и из блока ПЦР выходит поток конечной (контактной) реакционной смеси (КРС).

В качестве ключевого компонента реакции выбран оксид углерода. Реакция полного окисления оксида углерода является экзотермической и описывается уравнением (1).



Эта реакция протекает без изменения объема реакционной смеси и дает возможность исследовать зависимости скорости реакции от концентраций двух исходных веществ – оксида углерода и кислорода и двух продуктов реакции – диоксида углерода и воды.

Удельная стационарная скорость реакции полного окисления оксида углерода (R) рассчитывается по уравнению (2).

$$R = \frac{(C^0 - C) \cdot U}{m} = \frac{C^0 \cdot X \cdot U}{m} \text{ см}^3/\text{с} \cdot \text{г}, \quad (2)$$

где C^0 и C – концентрации оксида углерода в ИРС и КРС, соответственно, массовая доля (м.д.); m – масса катализатора, г; U – скорость подачи ИРС; X – степень превращения оксида углерода, рассчитываемая по уравнению (3).

$$X = \frac{C^0 - C}{C^0} \cdot 100\% \quad (3)$$

Концентрации оксида углерода в потоках ИРС и КРС определяются с помощью газового хроматографа с термокаталитическим детектором и хроматографической колонкой на основе активированного угля марки СКТ. Время анализа составляет 60 с. Концентрации кислорода и диоксида углерода в КРС рассчитываются по формулам (4) и (5).

$$C_{O_2} = 2C_{O_2}^0 - (C_{CO}^0 - C_{CO}), \text{ м.д.} \quad (4)$$

$$C_{CO_2} = C_{CO_2}^0 + (C_{CO}^0 - C_{CO}), \text{ м.д.,} \quad (5)$$

где $C_{O_2}^0$ и $C_{CO_2}^0$ – концентрации кислорода и диоксида углерода в ИРС, соответственно, м.д.

Для пересчета значения удельной каталитической активности по уравнению (2) из мл/г·с или см³/г·с в кат/г можно воспользоваться выражением (6).

$$\frac{\text{милликата\{л\}}(\text{мкат})}{\text{г}} = \frac{\text{миллимо\{ль\}}(\text{ммоль})}{\text{с} \cdot \text{г}} = \frac{\text{миллилитр}(\text{мл})}{22,4 \cdot \text{с} \cdot \text{г}} \quad (6)$$

Задавая поочередно значения скорости подачи ИРС на реактор, определяют соответствующие значения стационарных скоростей реакции. С использованием полученных данных строят график зависимости стационарной скорости реакции R от концентрации оксида углерода в КРС в логарифмической шкале (кинетический график). Из полученного графика аналитическим либо графическим путем определяют значение стационарной скорости реакции (R) при заданном уровне конверсии оксида углерода в КРС ($C=50\%$), которое и является значением каталитической активности.

С учетом разработанной методики измерений удельной каталитической активности был проведен ряд измерений активности катализаторов ИК-12-72

и ИКТ-12–40. Условия проведения измерений активности катализаторов приведены в табл. 3.

Результаты исследования

В результате проведения экспериментов были получены значения удельной каталитической активности ИК-12–72 и ИКТ-12–40, приведенные в табл. 4. Точность полученных результатов была оценена в терминах неопределенности. По итогам проведенных экспериментов было выявлено, что наибольший вклад в неопределенность измерений вносят неопределенности измерений концентрации ключевого компонента и расхода ИРС. Эти вклады превышают все остальные на порядок. В дальнейшем планируется выявление основных причин появления данных вкладов и принятие мер по их уменьшению.

Исследования однородности и стабильности экспериментальных образцов СО на данный момент продолжаются.

Выводы

Результатом проводимых работ по созданию СО, обеспечивающих точные результаты измерений каталитической активности, будет построение иерархий калибровок для востребованных объектов, установленных на основе Перечня критических технологий Российской Федерации, государственных программ «Развитие фармацевтической и медицинской промышленности на 2013–2020 годы», «Развитие промышлен-

ности и повышение ее конкурентоспособности на период до 2020 года».

Созданный экспериментальный образец Государственного первичного специального эталона единицы каталитической активности биологических и химических веществ – катал обеспечил метрологическую прослеживаемость измерений биологически активных компонентов в растворах, жидкостях и тканях человека, путем цепи калибровок с помощью государственных СО каталитической активности.

Таким образом, получение достоверных результатов анализов о состоянии своего организма, как следствие, создание условий для более точной постановки диагнозов, корректного назначения терапевтического воздействия и улучшения качества и продолжительности жизни возможно в обозримом будущем. Есть надежда, что выполнение указанных работ позволит приблизить мечту о долгой и здоровой жизни.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

Таблица 3. Условия проведения измерений активности катализаторов ИК-12–72 и ИКТ-12–40
Table 3. Conditions for measuring the activity of catalysts IK-12–72 and ICT-12–40

Параметр	Значение
Навеска катализатора, г	2.5
Температура испытаний, °C	250
Состав ИРС	СО – 5.0 об.%, O ₂ – 5.0 об.%, Остальное – очищенный азот
Объемная скорость подачи ИРС, мл/мин	100-1000

Таблица 4. Результаты экспериментального определения удельной каталитической активности катализаторов ИК-12–72 и ИКТ-12–40

Table 4. Results of the experimental determination of the specific catalytic activity of catalysts IK-12–72 and ICT-12–40

№	Катализатор	Удельная активность (при уровне конверсии С=50 %), мккат/г	Неопределенность, %
1	ИКТ-12–40	0,0543	10,5
2	ИК-12–72	0,1200	11,4

ЛИТЕРАТУРА

1. Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ (ред. от 13.07.2015) «Об обеспечении единства измерений», 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.
2. Международный словарь по метрологии: основные и общие понятия и соответствующие термины: пер. с англ. и фр. / Всерос. науч.-исслед. ин-т метрологии им. Д. И. Менделеева, Белорус. гос. ин-т метрологии. Изд. 2-е, испр. СПб.: НПО «Профессионал», 2010. 82 с. http://ipg.geospace.ru/metrology/docs/JCGM_200_2008-trans.pdf
3. Заключительный отчет о выполнении НИР «Проведение фундаментальных исследований в области измерений физико-химического состава и свойств веществ с целью создания государственного первичного специального эталона единицы каталитической активности биологически и химически активных веществ – катал». ФГУП «ВНИИМС». 2016. Том 1. С. 4.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Кулябина Елена Валериевна – канд. техн. наук, начальник лаборатории метрологического обеспечения биологических и информационных технологий Всероссийского научно-исследовательского института метрологической службы. Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: kuliabina@vniims.ru
ORCID: 0000-0002-6076-4569

Мелкова Ольга Николаевна – ведущий инженер лаборатории метрологического обеспечения биологических и информационных технологий Всероссийского научно-исследовательского института метрологической службы. Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: melkova@vniims.ru

Гуськова Екатерина Андреевна – инженер лаборатории метрологического обеспечения биологических и информационных технологий Всероссийского научно-исследовательского института метрологической службы. Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46
e-mail: e.guskova@vniims.ru

Гребенникова Татьяна Владимировна – член-корреспондент РАН, д. биол. н., профессор, руководитель отдела молекулярной вакцинологии и иммунодиагностики Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии имени почетного академика Н. Ф. Гамалеи. Российская Федерация, 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, д. 18
e-mail: t_grebennikova@mail.ru

REFERENCES

1. 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](http://fundmetrology.ru/depository/01_npa/102-fz_2015.pdf). (In Russ.)
2. International Vocabulary of Metrology: basic and general concepts and associated terms. Translation from English and French is made. D.I. Mendeleyev Institute for Metrology, Belarusian State Institute of Metrology. 2010. 82 p. (In Russ.)
3. The final report on the implementation of scientific research work «Conducting fundamental research in the field of measurements of the physicochemical composition and properties of substances with the aim of creating a State Primary Special Measurement Standard for the unit of catalytic activity of biological and chemical substances – katal». «VNIIMS». 2016, vol. 1, p. 4

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Elena V. Kulyabina – Ph.D (Eng.), Head of the Laboratory of Metrological Support of Biological and Information Technologies, All-Russian Research Institute of Metrological Service.
46 Ozernaya St., Moscow, 119361, Russian Federation
e-mail: kuliabina@vniims.ru
ORCID: 0000-0002-6076-4569

Olga N. Melkova – Leading Engineer at the Laboratory of Metrological Support for Biological and Information Technologies, All-Russian Research Institute of Metrological Service.
46 Ozernaya St., Moscow, 119361, Russian Federation
e-mail: melkova@vniims.ru

Ekaterina A. Guskova – Engineer at the Laboratory of Metrological Support of Biological and Information Technologies, All-Russian Research Institute of Metrological Service.
46, Ozernaya St., Moscow, 119361, Russian Federation.
e-mail: e.guskova@vniims.ru

Tatiana V. Grebennikova – Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, D. Sci. (Biol.), Professor, Head of the Department of Molecular Vaccinology and Immunodiagnosis of N. F. Gamaleya Federal Research Center for Epidemiology and Microbiology of the Ministry of Health of the Russian Federation. 18 Gamalei St., Moscow, 123098, Russian Federation
e-mail: t_grebennikova@mail.ru

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-33-38

УДК 006.9:53.089.68:624.131.22

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГРУНТА ГЛИНИСТОГО (СУГЛИНКА)

© И. Н. Матвеева, В. В. Толмачев

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»),
г. Екатеринбург, Российская Федерация
E-mail: sertif@uniim.ru

Поступила в редакцию 20 февраля 2018 г., после доработки – 15 марта 2018 г.
Принята к публикации – 10 апреля 2018 г.

Введение. Представлена информация о разработке стандартного образца физических свойств грунта. Аттестуемыми характеристиками стандартного образца являются влажность на границе текучести методом балансирующего конуса, влажность на границе раскатывания, плотность частиц грунта пикнометрическим методом.

Материалы и методы. Установление аттестованных значений физических свойств грунта глинистого (суглинка) выполнено способом межлабораторной метрологической аттестации.

Результаты исследования. Границы абсолютной погрешности аттестованных значений влажности на границе текучести методом балансирующего конуса составляет 1,9%, влажности на границе раскатывания – 1,5%, плотности частиц грунта – 0,03 г/см³. Срок годности стандартного образца – 5 лет.

Обсуждения и заключения. Разработанный стандартный образец зарегистрирован в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 11038–2018. Стандартный образец предназначен для контроля точности результатов измерений аттестованных характеристик; проведения межлабораторных сличительных испытаний, проверки компетентности лабораторий.

Ключевые слова: грунт глинистый (суглинок), физические свойства грунта, влажность на границе текучести, влажность на границе раскатывания, плотность частиц, стандартный образец

***Ссылка при цитировании:**

Матвеева И. Н., Толмачев В. В. Разработка стандартного образца физических свойств грунта глинистого (Суглинка) // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 1-2. С. 33–38. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-33-38.

For citation:

Matveeva I. N., Tolmachev V. V. Development of a certified reference material for the physical properties of the soil clay (loam). Reference materials. 2018;14(1-2): 33–38 (In Russ.). DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-33-38.

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

DEVELOPMENT OF A CERTIFIED REFERENCE MATERIAL FOR THE PHYSICAL PROPERTIES OF THE SOIL CLAY (LOAM)

© Ilona N. Matveeva, Vladimir V. Tolmachev

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

Received – 20 February 2018; Revised – 15 March 2018

Accepted for publication – 10 April 2018

Introduction. The article presents results of developing a certified reference material for the physical properties of the soil clay (loam). The certified characteristics of the reference material are as follows: moisture content at the liquid limit via fall-cone test, moisture content at the plastic limit, soil particle density via pycnometer method.

Materials and methods. The certified values of the physical properties of the soil clay (loam) were determined using the method of interlaboratory metrological experiment.

Results. The bounds of absolute error of the certified values are as follows: 1.9% for moisture content at the liquid limit via the fall-cone test, 1.5% for moisture content at the plastic limit, 0.03 g/cm³ for soil particle density. The validity period of the certified reference material is 5 years.

Discussion and conclusion. The developed reference material was registered in the State Register of type-approved reference materials as GSO 11038–2018. The reference material is aimed at: controlling the accuracy of the measurement results of certified characteristics; conducting interlaboratory comparisons; testing laboratories proficiency.

Keywords: soil clay (loam), physical properties of the soil, moisture content at the liquid limit, moisture content at the plastic limit, soil particle density, certified reference material

Используемые в статье сокращения:

СО – стандартный образец

МЛЭ – межлабораторный эксперимент

Abbreviations used in the article:

RM – reference material

IE – interlaboratory experiment

Введение

Инженерные изыскания являются важной частью любого строительства и должны предшествовать проектированию.

Правильное проектирование несущих конструкций позволяет избежать в зданиях и сооружениях разного назначения аварий, связанных с проседанием фундамента (согласно Федеральному закону от 30.12.2009 № 384-ФЗ [1]), а также обеспечить безопасность автомобильных дорог (согласно ТР ТС 014/2011 [2]).

При проведении инженерных изысканий важно точно определить основные характеристики грунта для проектных решений строительства. Все грунты отличаются друг от друга по многим признакам в соответствии с ГОСТ 25100 [3]. Физические свойства грунтов являются их характеристиками, которые описывают физическое состояние того или иного грунта и его способность к изменению своего состояния под

воздействием различных физико-химических факторов (гидрогеологический режим, тепловой режим, деформация под действием нагрузки и т.д.).

Различное оборудование дает возможность исследовательским организациям проводить исследования грунтов непосредственно на строительном участке. Однако исследование грунта на местности позволяет определить лишь инженерно-геологические условия того или иного земельного объекта, такие как состав почвы, толщина грунта, уровень промерзания почвы, наличие подземных вод и водоносных пластов и другие. Для определения же физических свойств грунта требуется проведение лабораторных исследований.

На территории Российской Федерации в большей степени преобладают песчаные и глинистые грунты. Глинистые грунты состоят в основном из пылеватых и глинистых частиц и являются одними из наиболее проблемных для строительства.

Глинистые грунты обладают свойством пластичности, то есть при увлажнении и промерзании могут переходить из одного состояния в другое (из твердого в полутвердое, далее в пластичное и текучее), поэтому детальное исследование глинистых грунтов по показателям влажности позволяет спрогнозировать изменение их состояния в ходе эксплуатации и при различных геологических условиях.

Обзор литературы

Виды и состав лабораторных определений характеристик грунтов определены в приложении М СП 11–105 [4] и ГОСТ 30416 [5]. При этом для определения той или иной характеристики грунта могут применяться разные методы, зависящие от области применения – разновидности грунта. Так, например, определение плотности частиц грунта может осуществляться пикнометрическим методом с водой для всех видов грунтов, пикнометрическим методом с нейтральной жидкостью для засоленных и набухающих грунтов или двумя пикнометрами для засоленных грунтов.

Методы лабораторного определения физических характеристик грунтов установлены в ГОСТ 5180 [6]. Основными физическими характеристиками, подлежащими определению, являются влажность, плотность, состав, водопроницаемость, деформируемость и прочность.

При проведении лабораторных определений физических свойств грунтов испытательные лаборатории должны не только иметь возможность установить фактические значения свойств, но и контролировать достоверность проводимых исследований. Результаты, полученные путем лабораторных исследований, их точность и достоверность, должны соотноситься с показателями, установленными программой инженерно-геологических изысканий.

Современная практика работ испытательных лабораторий предусматривает контроль точности полу-

чаемых результатов путем увеличения числа параллельных определений, что, несомненно, увеличивает стоимость и трудоемкость лабораторных исследований.

Качество исследований физических свойств грунта может быть обеспечено применением СО утвержденного типа для каждой разновидности грунта.

Материалы и методы

Исходным материалом для изготовления СО являлся суглинок, отобранный на Решетниковском месторождении нефти, Удмуртская республика, Можгинский район.

Технологическая подготовка исходного материала включала следующие операции, необходимые для обеспечения однородности материала СО:

1) был произведен ручной отбор монолитов прямоугольной формы из грунтового массива шурфов на выделенной площадке; глубина отбора проб составляла (2,1–2,3) м;

2) было проведено предварительное измельчение грунта и сушка на воздухе в помещении с вентиляцией;

3) было выполнено окончательное измельчение с просеиванием через калиброванное сито с размером ячейки 1 мм. Все включения (гравий, конкреции, органические остатки) были удалены из материала;

4) была проведена окончательная сушка и деление до необходимой массы 250 г методом квартования с последующим упаковыванием готовых экзemplяров на вакуумной машине в прямоугольные полиэтиленовые пакеты.

Гранулометрический состав полученного порошка определялся ареометрическим методом с помощью ареометра и набора сит с размером отверстий 10; 5; 2; 1,0; 0,5; 0,25; 0,1 мм. Полученные значения содержания частиц различной крупности по фракциям в материале СО представлены в табл. 1.

Таблица 1. Гранулометрический состав материала СО

Table 1. Granulometric composition of the RM material

Размер частиц, мм	Содержание частиц, % по массе
1,00–0,50	Менее 0,5
0,50–0,25	Менее 0,5
0,25–0,10	1,5–3,0
0,10–0,05	4,0–9,0
0,05–0,01	46,0–54,0
0,002	18,0–24,0
<0,002	16,0–24,0

После подготовки материал СО представляет собой порошок крупностью менее 1 мм, приготовленный из грунта глинистого (суглинка), измельченного и высушенного до воздушно-сухого состояния, без органических включений, расфасованный по 250 г в герметичные полиэтиленовые пакеты.

Исследование однородности материала СО

Полученный материал СО был исследован на однородность.

Оценивание однородности проведено в соответствии с ГОСТ 8.531 [7] по алгоритму для дисперсных материалов. Измерения проводили на 130 образцах, количество определений на каждом образце – 2.

Техническим заданием на разработку СО были установлены значения характеристики погрешности от неоднородности для влажности на границе текучести методом балансирующего конуса и влажности на границе раскатывания не более 1,0%, для плотности частиц грунта пикнометрическим методом – не более 0,015 г/см³. Допускаемые значения характеристики погрешности от неоднородности были установлены на основании данных о допустимой разнице результатов параллельных определений, заданных в ГОСТ 5180–2015 [6].

Значения характеристики погрешности от неоднородности составили для влажности на границе текучести методом балансирующего конуса – 0,9%, для влажности на границе раскатывания – 0,6%, для плотности частиц грунта пикнометрическим методом – 0,01 г/см³. Полученные значения не превышают требований технического задания на разработку СО, материал СО признан однородным.

Исследование стабильности материала СО

Стабильность аттестованных значений материала СО в течение предполагаемого срока годности была

подтверждена по результатам экспериментальных исследований, проведенных за 5 лет на материале опытной партии с применением соответствующих методик измерений [6].

Исследование стабильности СО проведено в соответствии с Р 50.2.031 [8]. По результатам исследования стабильности установлен срок годности материала СО 5 лет для всех аттестованных характеристик.

Установление аттестованных значений СО и их погрешностей

Установление аттестованных значений и оценивание погрешности аттестованных значений СО проведено по ГОСТ 8.532 [9] способом межлабораторного эксперимента (МЛЭ).

В МЛЭ участвовали 15 независимых лабораторий, аккредитованных на техническую компетентность в национальной системе аккредитации, имеющих опыт исследования грунтов.

Определение аттестованных значений проведено по стандартизованным методикам [6]. Всеми лабораториями для определения характеристики «Влажность на границе текучести» использовался метод балансирующего конуса, для определения характеристики «Влажность на границе раскатывания» использовался метод раскатывания в жгут, для определения характеристики «Плотность частиц грунта» использовался пикнометрический метод с водой.

Погрешности аттестованных значений установлены с учетом вклада от неоднородности материала СО.

Разработанный СО зарегистрирован в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов под номером ГСО 11038–2018.

Результаты исследования

Значения метрологических характеристик ГСО 11038–2018 представлены в табл. 2.

Таблица 2. Значения метрологических характеристик ГСО 11038–2018

Table 2. Metrological characteristics of GSO 11038–2018

Аттестованная характеристика	Обозначение единицы величины	Аттестованное значение СО	Границы абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95, \pm \Delta, \%$
Влажность на границе текучести методом балансирующего конуса	%	36,7	1,9
Влажность на границе раскатывания	%	21,2	1,5
Плотность частиц грунта пикнометрическим методом	г/см ³	2,71	0,03

Прослеживаемость аттестованных значений, полученных в рамках межлабораторного эксперимента, к единицам СИ реализуется посредством применения поверенных средств измерений, стандартизированной методики измерений испытательными лабораториями, имеющими опыт исследования веществ, по состоянию и структуре близких или аналогичных материалу СО, аккредитованными на техническую компетентность в национальной системе аккредитации.

СО физических свойств грунта глинистого (суглинка) предназначен для контроля точности результатов измерений влажности на границе текучести методом балансирующего конуса, влажности на границе раскатывания, плотности частиц грунта пикнометрическим методом, выполняемых по ГОСТ 5180–2015 [6].

СО может применяться при проведении межлабора-

торных сличительных испытаний, проверке компетентности лабораторий.

Обсуждение и заключения

Разработан и утвержден СО физических свойств грунта глинистого (суглинка), предназначенный для обеспечения единства измерений влажности на границе текучести методом балансирующего конуса, влажности на границе раскатывания, плотности частиц грунта пикнометрическим методом, не имеющий аналогов в Российской Федерации.

Актуальной задачей является разработка СО других физических свойств и других разновидностей грунтов.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Федер. закон Рос. Федерации от 30 декабря 2009 г. № 384-ФЗ «Технический регламент о безопасности зданий и сооружений», принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 23 дек. 2009 г., одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 25 дек. 2009 г. // Рос. газета. 2009. 31 дек.
2. ТР ТС 014/2011. Безопасность автомобильных дорог: Технический регламент Таможенного союза. от 18 октября 2011 г. № 827. URL: <http://www.eurasiancommission.org/ru/act/texnreg/deptexnreg/tr/Pages/bezopAutodorog.aspx>
3. ГОСТ 25100–2011 Грунты. Классификация. М.: Стандартинформ, 2013. 42 с.
4. СП 11-105-97 Инженерно-геологические изыскания для строительства. Часть I. Общие правила производства работ. М.: ПНИИИС Госстроя России, 1997.
5. ГОСТ 30416–2012 Грунты. Лабораторные испытания. Общие положения. М.: Стандартинформ, 2018. 16 с.
6. ГОСТ 5180–2015 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик. М.: Стандартинформ, 2016. 24 с.
7. ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2002. 15 с.
8. Р 50.2.031-2003 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристики стабильности. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004. 12 с.

REFERENCES

1. RF Federal Law N 384-FZ of 12.30.2009. Technical regulation on safety of buildings and structures. Adopted by the State Duma on December 23, 2009. (In Russ.)
2. TR CU 014/2011. Customs Union Technical Regulations on safety of automobile roads. Adopted by the Decision of the Commission of the Customs Union of 18.10.2011 No 827. (In Russ.)
3. GOST 25100–2011 Soils. Classification. Moscow, Standartinform Publ., 2013. 42 p. (In Russ.)
4. SP 11-105-97 Engineering and geological surveys for construction. Part I. General rules for the production of works. PNIIS Gosstroy of Russia, 1997. (In Russ.)
5. GOST 30416–2012. Soils. Laboratory testing. General requirements. Moscow, Standartinform Publ., 16 p. (In Russ.)
6. GOST 5180–2015 Soils. Laboratory methods for determination of physical characteristics. Moscow, Standartinform Publ., 2016. 24 p. (In Russ.)
7. GOST 8.531-2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition of solid and disperse materials. Ways of homogeneity assessment. Moscow, PPC Izdatel'stvo Standartov, 2002. 15 p. (In Russ.)
8. R 50.2.031-2003 State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition of substances and materials. Ways of stability characteristics assessment. Moscow, PPC Izdatel'stvo Standartov, 2004. 12 p. (In Russ.)

9. ГОСТ 8.532-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ. М.: Стандартинформ, 2008. 12 с.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Матвеева Илона Николаевна – научный сотрудник лаборатории 265 Уральского научно-исследовательского института метрологии.
Российская Федерация, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: Sertif@uniim.ru

Толмачев Владимир Валерьянович – к. ф.-м. н., заведующий лабораторией 265 Уральского научно-исследовательского института метрологии.
Российская Федерация, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: Sertif@uniim.ru

9. GOST 8.532-2002 State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition of substances and materials. Interlaboratory metrological certification. Content and order of works. Moscow, Standartinform Publ., 2008. 12 p. (In Russ.)

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Iлона N. Matveeva – Researcher at the laboratory No. 265, Ural Research Institute for Metrology (UNIIM).
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, Russian Federation
e-mail: Sertif@uniim.ru

Vladimir V. Tolmachev – Ph.D., Head of the laboratory No. 265, Ural Research Institute for Metrology (UNIIM).
4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, Russian Federation
e-mail: Sertif@uniim.ru

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

DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-39-48

УДК 665.35; 54.062

РАЗРАБОТКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ЯМР-АНАЛИЗАТОРОВ

© С. М. Прудников, Б. Я. Витюк, О. С. Агафонов

ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт масличных культур им. В. С. Пустовойта»,
г. Краснодар, Российская Федерация
E-mail: sacred_jktu@bk.ru

Поступила в редакцию – 14 марта 2018 г., после доработки – 22 апреля 2018 г.
Принята к публикации – 25 апреля 2018 г.

В первой части статьи изложена история создания количественных ЯМР-анализаторов масличности и влажности семян масличных культур и продуктов их переработки. Отличительными особенностями разработанных ЯМР-анализаторов от аналогичных приборов является наличие метрологического обеспечения (стандартных образцов (СО) утвержденного типа) и расширенный диапазон измерения влажности (5–20)%. Приведены основные метрологические характеристики разработанного ЯМР-анализатора. Вторая часть статьи посвящена проблемам, решенным в процессе проведения научно-исследовательских работ по разработке метрологического обеспечения для количественных ЯМР-анализаторов. Исходя из поставленных задачи были выбраны наиболее оптимальные вещества имитирующие компоненты масла и воды содержащиеся в семенах масличных культур и продуктах их переработки. Подобранные вещества-имитаторы обеспечивают долговременную стабильность разработанных СО, при этом являются химически инертными по отношению друг к другу, экологически безопасны и позволяют имитировать масло и воду в семенах масличных культур и продуктах их переработки. В качестве имитатора масла предложены кремнийорганические жидкости с временем спин-спинового релаксации протонов (35–40) мс и (95–130) мс. Для имитации воды в разработанных СО утвержденного типа используется однокомпонентный самовулканизирующийся кремнийорганический компаунд, нанесенный тонким слоем на бумажные ленты. В завершение приведены перспективные направления разработки стандартных образцов имитаторов массовой доли характерных жирных кислот в масле семян масличных культур (подсолнечном, льняном и рапсовом).

Ключевые слова: ядерно-магнитный резонанс, масличность, влажность, показатель качества, экспресс-способ, стандартные образцы, имитатор сигналов ЯМР, кремнийорганические материалы, масложировая промышленность

Ссылка при цитировании:

Прудников С. М., Витюк Б. Я., Агафонов О. С. Разработка метрологического обеспечения для количественных ЯМР-анализаторов // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 1-2. С. 39–48. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-39-48.

For citation:

Prudnikov S. M., Vityuk B. Ya., Agafonov O. S. Development of metrological support for quantitative NMR analyzers. Reference materials. 2018; 14 (1-2): 39–48 (In Russ.). DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-39-48.

DEVELOPMENT OF METROLOGICAL SUPPORT FOR QUANTITATIVE NMR ANALYZERS

© Sergey M. Prudnikov, Boris Ya. Vityuk, Oleg S. Agafonov

Federal State Budgetary Scientific Institution
«National Research Institute of Oil Crops n. a. V. S. Pustovoit», Krasnodar, Russian Federation
E-mail: sacred_jktu@bk.ru

Received – 14 March 2018; Revised – 22 April 2018

Accepted for publication – 25 April 2018.

The first part of the article presents the history of creating quantitative NMR analyzers of oil content and humidity of oil crop seeds and their by-products. The developed NMR analyzers differ from similar devices in the availability of metrological support (reference materials (RMs) of approved type) and an extended range of moisture measurement (5–20)%. The main metrological characteristics of the developed NMR analyzer are given. The second part of the article deals with problems solved in the process of carrying out the scientific research work on the development of metrological support for quantitative NMR analyzers. Based on the tasks set, the most optimal substances imitating oil and water components contained in the oil crops and their by-products were selected. The imitation substances in question provide long-term stability of the developed RMs, erewhile being chemically inert to each other, environmentally safe? and allowing an imitation of oil and water in oil crops and their by-products. Organosilicon fluids with (35–40) ms and (95–130) spin-spin relaxation times of protons ms are proposed as an oil imitator. To imitate water, a one-component self-vulcanizing organosilicon compound, which is applied to paper strips with a thin coat, is used in the developed type-approved RMs. In conclusion, the article presents perspective directions of developing RMs of mass fraction imitators of typical fatty acids in the oil of oil crops (sunflower, linseed, and rapeseed).

Keywords: nuclear magnetic resonance (NMR), oil content, humidity, quality index, express method, reference materials, NMR signal simulator, organosilicon materials, fat and oil industry

Принятые сокращения;

ЯМР – ядерный магнитный резонанс
АВК – аналитико-вычислительный комплекс
РСС – лаборатория радиоспектроскопии
СО – стандартные образцы

Abbreviations used in the article:

NMR – nuclear magnetic resonance
ACC – analytical computing complex
RL – Radiospectroscopy laboratory
RM – reference materials

Введение

Основными показателями качества масличных семян (подсолнечник, рапс, лен, хлопчатник, соя и др.) и продуктов их переработки (жмыхи, шроты) является влажность и масличность [1]. Для определения влажности, как правило, используется термогравиметрический метод измерений [2]. Измерение массовой доли масла осуществляют с использованием экстракционного метода [3]. Недостатками перечисленных методов является длительность, трудоемкость проведения измерений, использование токсичных химических реактивов (для экстракционного метода). Преодолеть указанные недостатки позволяет применение экспрессного способа на основе метода ядерного магнитного

резонанса (ЯМР), позволяющего проводить одновременное измерение влажности, масличности, а также других показателей качества масличного сырья и продуктов его переработки. Современные инструментальные экспресс-способы на основе метода ЯМР обладают следующими преимуществами: не требуют применения химических реактивов (являются экологически безопасными), имеют неразрушающий характер анализов (что особенно актуально для предприятий, занимающихся селекцией масличных культур), высокопроизводительны (один анализ занимает от 1 до 5 минут), отсутствует влияние человеческого фактора на результаты анализов, нет специальных требований к обслуживающему персоналу.

Метод ЯМР основан на регистрации резонансного поглощения энергии радиочастотного излучения протонами вещества с ненулевым спином, помещенным в магнитное поле [4, 5]. Способы анализа качества масличного сырья на основе метода ЯМР основываются на аналитических зависимостях между сигналами ЯМР протонов масла и воды и количеством молекул масла и воды, содержащихся в исследуемых образцах [6–8].

Настоящая статья посвящена рассмотрению истории разработки системы метрологического обеспечения ЯМР-анализаторов, а также специфике существующих стандартных образцов и перспективам их дальнейшей разработки.

История разработки ЯМР-анализаторов, метрологического обеспечения для ЯМР метода

Отдел физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур имени В. С. Пустовойта (ВНИИМК) выполняет исследования и разработку экспрессных методов и приборов контроля показателей качества семян масличных культур и продуктов их переработки с использованием импульсного метода ЯМР.

История подразделения началась в 1968 г. К этому времени в институте очень остро стояла проблема обеспечения анализов на масличность больших объемов образцов семян масличных культур. Применяемый в те годы для определения масличности семян метод обезжиренного остатка (по С. В. Рушковскому [9]) позволял выполнять анализ около 30 тыс. селекционных образцов в год, в то время как потребность селекционных отделов института в анализах на масличность составляла 150–170 тысяч образцов в год. Поиски и анализ путей решения возникшей проблемы показали, что наиболее перспективным методом экспрессного определения масличности семян является метод ЯМР [10].

В конце 1970 г. был изготовлен и введен в эксплуатацию аналитико-вычислительный комплекс (АВК). Новый прибор был первым в мировой практике количественным ЯМР-экспресс-анализатором, в составе которого работала ЭВМ [11]. Внедрение АВК позволило сократить время анализа одной пробы до 30 секунд, а в день анализировать до 1500 образцов. Неразрушающий характер анализа на масличность позволял использовать образцы семян для других анализов и посевов [12].

Эксплуатация АВК показала, что получение высокой точности результатов анализов возможно лишь при поддержании одинаковой влажности анализируемых

образцов, что требовало значительных затрат времени на выдерживание образцов семян при необходимой влажности.

В 1974 г. во ВНИИМКе была создана лаборатория радиоспектроскопии (РСС), основная ее задача заключалась в разработке и освоении производства ЯМР-экспресс-анализаторов масличности и влажности семян масличных культур. В результате проведенных исследований в конце 1975 г. был создан экспресс-анализатор АМВ-1002, который в дальнейшем серийно выпускался Смоленским ПО «Аналитприбор» [13].

Параллельно с 1976 по 1984 г. проходили исследования по разработке системы метрологического обеспечения разрабатываемых ЯМР-анализаторов. В ходе исследовательских работ были решены следующие научно-технические задачи:

- изучены пределы варьирования релаксационных характеристик масла и воды в семенах масличных культур при изменениях масличности, влажности и жирно-кислотного состава, их влияние на погрешность определения масличности и влажности семян;
- подобраны и исследованы вещества-имитаторы масла и воды в семенах со стабильными физико-химическими характеристиками;
- разработана конструкция стандартных образцов и технология их изготовления;
- разработана и изготовлена установка для аттестации стандартных образцов, проведена ее государственная метрологическая аттестация.

В результате проведенных исследований были разработаны СО утвержденного типа, которые в 1984 г. были утверждены Госстандартом и внесены в Государственный реестр средств измерений под номерами ГСО 3107–3112–84¹ [14].

¹ ГСО 3107–84 Стандартный образец масличности и влажности семян подсолнечника (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393823

ГСО 3108–84 Стандартный образец масличности и влажности семян хлопчатника (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393822

ГСО 3109–84 Стандартный образец масличности и влажности семян сои (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393821

ГСО 3110–84 Стандартный образец масличности и влажности семян льна, горчицы (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393820

ГСО 3111–84 Стандартный образец масличности и влажности жмыха (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393819

ГСО 3112–84 Стандартный образец масличности и влажности шрота (комплект) // Росстандарт [сайт]. URL: www.fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/393818

С 1976 г. во ВНИИМКе были начаты научно-исследовательские работы по созданию лабораторного ЯМР экспресс-анализатора масличности и влажности семян основных масличных культур с улучшенными метрологическими характеристиками, расширенным диапазоном измерения влажности и масличности, предназначенного для применения в лабораториях предприятий масложировой промышленности и в сельском хозяйстве. Работы по НИР завершились в 1981 г. созданием лабораторного ЯМР-анализатора, получившего наименование АМВ-1006, его серийный выпуск был начат в 1986 г. на Львовском ПО «Микроприбор».

В отличие от мировых аналогов разработанный ЯМР-экспресс-анализатор позволял одновременно определять масличность и влажность семян масличных культур и продуктов их переработки, имел нормированные метрологические характеристики, не зависящие от квалификации оператора, не требовал регулировок и настроек в процессе выполнения анализов. Все процедуры анализа выполнялись автоматически без

участия оператора. Метрологические и эксплуатационные характеристики были значительно улучшены по сравнению с анализатором АМВ-1002 за счет применения ряда новых технических решений. Но из-за практических проволочек его массовое внедрение так и не произошло.

В середине 1990-х гг. во ВНИИМК как в организацию-разработчик анализаторов АМВ-1002 и АМВ-1006 начали поступать запросы с просьбами оказать содействие в приобретении таких приборов. Специалистами отдела физических методов исследований ВНИИМК совместно с Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ, г. Екатеринбург) в короткие сроки была проведена модернизация анализатора АМВ-1006. Узлы и блоки анализатора были переведены на современную элементную базу, что позволило значительно улучшить его технические и метрологические характеристики, значительно повысить надежность ЯМР-анализатора. Большая работа была проведена по разработке и утверждению технической, методиче-

Таблица 1. Характеристики ЯМР-анализатора АМВ-1006М

Table 1. Characteristics of the NMR analyzer AMV-1006M

Характеристика ЯМР-анализатора АМВ-1006М	Значение
Пределы измерения масличности, % абс.: масличные семена жмых шрот	от 15,0 до 60,0 от 7,0 до 28,0 от 0,5 до 7,0
Пределы измерения влажности, % абс.: масличных семян жмыха и шрота	от 5,0 до 20,0; от 4,0 до 12,0
Границы абсолютной погрешности результатов измерения масличности, % $\pm$ не более абс.: семян жмыха и шрота	0,6 0,5
Границы абсолютной погрешности результатов измерения влажности, % $\pm$ не более абс.: семян жмыха и шрота	0,6 0,5
Стандартное отклонение повторяемости результатов измерения масличности и влажности семян, не более % абс.	0,12
Стандартное отклонение воспроизводимости результатов измерения масличности и влажности семян, не более % абс.	0,30
Стандартное отклонение воспроизводимости результатов измерения масличности и влажности жмыха и шрота, не более % абс.	0,25
Объем анализируемой пробы, см ³	(25 $\pm$ 0,5)
Масса анализируемой пробы в диапазоне, г: для семян подсолнечника, хлопчатника, жмыха и шрота для семян сои, льна, рапса, горчицы	от 7,0 г до 14, от 14,0 г до 20,0
Время анализа одной пробы, минут	не более 2

ской и метрологической документации. Выпуск модернизированного варианта прибора АМВ-1006М был начат в 1998 г. на экспериментальной базе ВНИИМК [6].

У нового ЯМР-анализатора появились следующие особенности: в состав анализатора включили персональный компьютер и полуавтоматическое взвешивающее устройство, реализовали режим автоматической коррекции результатов измерения в зависимости от изменения параметров внешней среды и режим полуавтоматической градуировки по стандартным образцам, новое программное обеспечение позволило сохранять базу данных проведенных анализов. Характеристики ЯМР-анализатора АМВ-1006М представлены в табл. 1 [15].

В 2001 г. анализатор АМВ-1006М успешно прошел государственные испытания с целью утверждения типа. В ходе испытаний была подтверждена и узаконена возможность использования анализатора АМВ-1006М не только для анализа масличных культур, но и для определения влажности семян зерновых культур и продуктов их переработки (мука, крупы, комбикорм и др.). На экспресс-анализатор АМВ-1006М и государственные СО утвержденного типа для их градуировки и поверки ГСО 3107-3112-84 Госстандартом были выданы сертификаты соответствия.

В настоящее время ЯМР-анализаторы АМВ-1006М внедрены и успешно работают во всех ведущих селекционно-семеноводческих центрах России по масличным культурам, на большинстве маслодобывающих предприятиях России, а также на многих предприятиях стран СНГ. По состоянию на 20 марта 2018 г. всего выпущено и эксплуатируется 318 ЯМР-анализаторов АМВ-1006М. Более 90 % производимого в России растительного масла приходится на долю предприятий, приемка и переработка сырья на которых контролируется ЯМР-анализаторами АМВ-1006М.

На разработанные технические, методические и метрологические решения получено более 25 патентов. В 2010 г. ЯМР-анализатор АМВ-1006М прошел аттестацию Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии России на присвоение Знака качества «За обеспечение высокой точности измерений в аналитической химии» (Реестровый № 01-31-005 от 18 марта 2010 г.). В 2008 г. разработанные стандартные образцы переведены в ранг межгосударственных СО утвержденного типа масличности и влажности семян масличных культур и продуктов их переработки: ГСО 3107-3112-84 (МСО 1492–1497:2008).

В 2010 году были разработаны и приняты в ранге межгосударственных стандартов следующие доку-

менты: ГОСТ 8.596-2010 «ГСИ. ЯМР-анализаторы масличности и влажности сельскохозяйственных материалов. Методика поверки», и ГОСТ 8.597-2010 «ГСИ. Семена масличных культур и продукты их переработки. Методика выполнения измерений масличности и влажности методом импульсного ядерного магнитного резонанса».

Наличие метрологического обеспечения у ЯМР-анализаторов типа АМВ является основной отличительной особенностью от зарубежных и отечественных средств измерений аналогичного назначения. Кроме того, конкурирующие средства измерений («Minispec» (фирмы «Bruker», Германия), MQA 6005 (компания «Oxford Instruments», Англия) и «Спин Трэк» (Россия) имеют значительно меньший диапазон определения показателя влажности, как следствие, потеря оперативности при превышенных значениях влажности семян.

Особенности выпускаемых стандартных образцов

Эффективность практического использования количественных ЯМР-анализаторов в значительной степени зависит от наличия метрологического обеспечения. Единство и точность результатов измерений является теми факторами, без которых невозможен контроль технологически процессов и показателей качества масличного сырья и продуктов его переработки.

Первоначально для градуировки ЯМР-анализаторов по масличности использовались следующие средства и способы: семена масличных растений (с последующей экстракцией из них масла) и масло, выделенное из семян.

При проведении градуировки количественных ЯМР-анализаторов с использованием натуральных семян масличных растений использовали семена высшей кондиции, тщательно очищенные от сорной, маслиной и металлической примесей. При этом необходимо было подготовить минимум по 4–5 образцов семян с различными значениями масличности. После подготовки образцов их термостатировали при температуре 23 °С, взвешивали и измеряли их ЯМ-релаксационные характеристики. Для градуировки и поверки, при получении влажностей более 6 %, необходима длительная пробоподготовка (в течение 3 дней) равномерного увлажнения образцов.

С целью решения описанных недостатков учеными ВНИИМК, Всероссийского научноисследовательского института жиров (ВНИИЖ) и Уральского научно-исследовательского института метрологии (УНИИМ)

были проведены совместные исследования, которые показали, что наиболее оптимальным при разработке средств метрологического контроля для ЯМР анализаторов является применение искусственных имитаторов семян – СО [16]. В результате были разработаны СО утвержденного типа, в состав которых входят кремнийорганические жидкости (ГСО 3107–3112–84). Данные образцы не требуют сложной пробоподготовки для своего использования, сохраняют аттестованные значения значительное время без изменений, не подвержены влиянию неблагоприятных условий внешней среды.

Одной из основных особенностей рассматриваемых образцов масличности и влажности семян масличных растений является их двухкомпонентный состав – одновременная имитация сигналов ядерно-магнитного резонанса от протонов воды и масла, содержащихся в семенах. В их составе применены не взаимодействующие друг с другом вещества-имитаторы масла и воды в семенах, которые равномерно распределены в рабочем объеме стандартных образцов.

При создании стандартных образцов ГСО 3107–3112–84 были решены следующие научно-технические задачи:

- 1) одновременная имитация сигналов ядерно-магнитного резонанса протонов масла и протонов воды в семенах масличных культур;
- 2) входящие в состав образцов вещества-имитаторы должны обладать высокой долговременной стабильностью физико-химических характеристик;
- 3) вещества-имитаторы воды и масла должны иметь времена спин-спиновой релаксации протонов, близкие соответственно протонам воды и масла в семенах масличных растений;
- 4) физические свойства веществ-имитаторов должны позволять равномерно распределить их во всем объеме стандартных образцов;
- 5) СО утвержденного типа должны иметь одинаковый рабочий объем, соответствующий объему семян, анализируемых на ЯМР-анализаторе;
- 6) СО утвержденного типа должны сохранять свои метрологические характеристики не менее одного года;
- 7) погрешность аттестации стандартных образцов по масличности и влажности не должна превышать 0,2% абс.

Для имитации протонов масла в СО применяются кремнийорганические материалы, которые обладают высокой термической и химической стабильностью, объясняющейся их химическим строением. Кроме того, кремнийорганические жидкости нетоксичны, обладают высокими диэлектрическими показателями, ма-

лой зависимостью вязкости от температуры и малой испаряемостью [17–19].

Исследования ЯМР характеристик протонов кремнийорганических жидкостей показали, что для наиболее точного воспроизведения формы огибающих сигналов спинового эхо протонов масла его имитатор должен содержать смесь кремнийорганических жидкостей. Протоны, содержащиеся в одной из жидкостей должны иметь время спин-спиновой релаксации (35–40) мс, а второй – (95–130) мс. Наиболее точно этим параметрам соответствуют силоксановая жидкость марки «169–168» и полиметилсилоксановые жидкости марок ПМС-1500, ПМС-2000 и ПМС-2500. Индекс полиметилсилоксановых жидкостей характеризует их вязкость.

Таким образом, для имитации сигналов ЯМР протонов масла, содержащих значительное количество ненасыщенных жирных кислот, необходимо использовать смесь кремнийорганических жидкостей марок ПМС-1500 и «169–168» (масло семян льна), а для содержащих большее количество насыщенных жирных кислот – ПМС-2000 и «169–168» (масло семян подсолнечника, сои), что обеспечивает наиболее идентичные ЯМР-характеристики, получаемые от образцов-имитаторов и протонов масла, содержащихся в семенах масличных культур.

Важно отметить, что образцы-имитаторы имеют меньшие зависимости ЯМР характеристик протонов от температуры, чем семена масличных культур, приблизительно в два раза в диапазоне температур от 20 °С до 26 °С.

Второй составной частью выпускаемых стандартных образцов являются имитаторы воды. Время спин-спиновой релаксации в семенах масличных культур изменяется от 1 до 7 мс, в зависимости от влажности в диапазоне от 5% до 20%. При этом в силу применяемых в количественных ЯМР-анализаторах способов определения количества воды для имитации протонов воды достаточно одного вещества со временем спин-спиновой релаксации протонов в указанном диапазоне.

Исследования показали, что наиболее оптимальным в качестве имитатора сигналов ЯМР протонов воды в семенах является применение однокомпонентных самовулканизирующихся кремнийорганических композиций, самовулканизация которых проходит в присутствии воздуха. Оптимальная длительность процесса самовулканизации позволяет равномерно распределить имитатор воды по всей площади рабочего объема. Наиболее близкие к указанным свойства имеет самовулканизирующийся компаунд КЛТ-30. Кроме того, данный компаунд обладает высокой стабильностью своих физико-хими-

ческих свойств, инертен к кремнийорганическим жидкостям, не токсичен и обладает хорошей адгезией [17, 18].

Равномерное распределение веществ, имитирующих протоны масла и протоны воды, достигается посредством применения пористого наполнителя в форме ленты, который, с одной стороны, хорошо адгезирует имитатор воды, с другой стороны, – имитатор масла, во всем рабочем объеме СО.

Немаловажным является то, что СО утвержденного типа масличности и влажности ГСО 3107-3112-84 используются на предприятиях масложировой отрасли уже более 30 лет, сохраняя свои метрологические характеристики, тем самым подтверждая свою долговременную стабильность и высокие эксплуатационные характеристики. В табл. 2 представлены характеристики СО утвержденного типа ГСО 3107-3112-84.

В 2016 г. истек срок свидетельств об утверждении типа ГСО 3107-3112-84, в связи с чем в настоящее время ведутся методические, технические и метрологические работы с целью разработки методики аттестации образцовой установки по современным более жестким требованиям, повышения точности ее измерения и проведения повторных испытаний данных СО в целях утверждения типа.

Планируемые работы в области стандартных образцов

В настоящее время разработана методика экспрессного инструментального определения массовой доли олеиновой кислоты в масле семян подсолнечника, линоленовой кислоты в масле семян льна [20, 21]. Градуировка количественных ЯМР-анализаторов

АМВ-1006М для определения олеиновой или линоленовой кислоты осуществляется по семенам масличных культур с известными значениями соответствующих жирных кислот, что значительно усложняет процесс проведения градуировки. К тому же образцы, изготовленные из семян масличных растений, не обладают необходимой долговременной стабильностью.

СО утвержденного типа ГСО 3107-84-3112-84 не предназначены для имитации огибающих сигналов спинного эхо протонов, содержащихся в масле семян подсолнечника с различной массовой долей олеиновой кислоты и линоленовой кислоты для семян льна. В связи с чем в настоящее время ведется разработка образцов, способных имитировать сигналы ЯМР протонов, содержащихся в масле семян масличных растений с различным содержанием олеиновой и линоленовой кислот, соответственно.

Разработка стандартных образцов-имитаторов такого типа позволит значительно упростить процесс градуировки ЯМР анализаторов на определение массовых долей олеиновой и линоленовой кислот. Немаловажно и то, что данные образцы будут обладать значительно меньшими зависимостями ЯМР характеристик от температуры и высокой долговременной стабильностью, а их использование не потребует дополнительной сложной пробоподготовки.

Заключение

Применение ЯМР-анализатора АМВ-1006М позволяет проводить экспрессное измерение влажности и масличности семян масличных культур и продуктов их переработки. Наличие соответствующих стан-

Таблица 2. Обобщенные данные по метрологическим характеристикам стандартных образцов масличности и влажности (ГСО 3107–84, ГСО 3108–84, ГСО 3109–84, ГСО 3110–84, ГСО 3111–84, ГСО 3112–84)

Table 2. The summarized data on the metrological characteristics of certified reference materials for oil content and moisture (GSO 3107–84, GSO 3108–84, GSO 3109–84, GSO 3110–84, GSO 3111–84, GSO 3112–84)

Наименование показателя	Значение
Граница абсолютной погрешности аттестованного значения, %	$\pm 0,5$ $\pm 0,2$
Срок годности	Не ограничен
Пределы измерения масличности, % абс.: масличные семена жмых шрот	12,0–65,0 7,0–28,0 0,5–7,0
Пределы измерения влажности, % абс.: масличных семян жмыха и шрота	5,0–20,0; 4,0–12,0

дартных образцов и стандартизированных методик измерений обеспечивает возможность использования ЯМР-анализатор в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в соответствии требованиям [22], гарантирует точность и правильность получаемых результатов измерений. Для успешного применения разрабатываемых современных инструментальных методик определения показателей

качества в масложировой отрасли на основе метода ЯМР, таких как измерение массовых долей олеиновой и линоленовой кислот требуется создание новых типов стандартных образцов-имитаторов, характеризующихся высокой стабильностью и удобством применения.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 22391–2015 Подсолнечник. Технические условия. Москва, Стандартиформ, 2015. 7 с.
2. ГОСТ 10856–96 Семена масличные. Метод определения влажности. Москва, Стандартиформ, 2010. 6 с.
3. ГОСТ 10857–64 Семена масличные. Метод определения масличности. Москва, Стандартиформ, 2010. 6 с.
4. Способ количественного определения жирности пищевых продуктов: А.с. 1043537 СССР; заявл. 09.03.81; опубл. 23.09.83, Бюл. № 353 с.
5. Свентицкий Е. Н., Чижик В. И. Применение метода ядерного магнитного резонанса для количественного анализа: сборник / Ленинградский государственный университет им. А. А. Жданова; ред. П. М. Бородин. Л.: Изд-во ЛГУ. 1965. 215 с.
6. Экспресс-метод определения качества масличного сырья на основе закономерностей ядерно-магнитных релаксационных характеристик. IV традиционная научно-техническая конференция, стран СНГ «Процессы и оборудование» // Прудников С. М., Джиоев Т. Е., Панюшкин В. Т. IV традиционная научно-техническая конференция, стран СНГ «Процессы и оборудование экологических производств». Волгоград: б. н., 1998, 34 с.
7. Прудников С. М. [и др.] Инструментальный контроль качества масличных семян и продуктов их переработки // Масла и жиры, № 5–6, 2010. С. 5–6.
8. Импульсная и Фурье-спектроскопия ЯМР. Фаррар Т., Беккер Э. Москва: Мир, 1973. 253 с.
9. Практикум по агрохимии: Учеб. пособие. 2-е изд., перераб. и доп. [ред.] академика РАСХН В. Г. Минеева. Москва: Изд-во МГУ, 2001. 689 с.
10. Попов П. С., Аспиотис Е. Х. Определение масличности семян методом ядерного магнитного резонанса // Сборник. Методы биологических исследований в селекции масличных культур. Краснодар: 1973. 120 с.
11. Аспиотис Е. Х. Выполнение массовых анализов на масличность и влажность методом ядерного магнитного резонанса. Краснодар: Издат-во Колос, 1978. Сборник материалов VII Международной конференции по подсолнечнику. С. 457–460.

REFERENCES

1. GOST 22391–2015 Sunflower. Technical conditions. Moscow, Standartinform Publ., 2015. 7 pp. (In Russ.).
2. GOST 10856–96 Seeds of oilseeds. Method for determination of humidity. Moscow, Standartinform Publ., 2010. 6 p. (In Russ.).
3. GOST 10857–64 Seeds of oilseeds. Method for determination of oil content. Moscow: Standartinform Publ., 2010. 6 p. (In Russ.).
4. Yazov AN, Chernyshev VM, Avakumov AK, Polyakov VF (1983) A method for quantifying the fat content of food products. Certificate of authorship USSR, 1043537, 23 Sept 1983 (In Russ.).
5. Sventitskii EN, Chizhik VI (1965) Application of the method of nuclear magnetic resonance for quantitative analysis. In: Collected volume. Leningrad State University named after A. A. Zhdanov. Leningrad, 1965. 215 p. (In Russ.).
6. Prudnikov SM, Dzhioev TE, Panyushkin VT (1998) Express-method for determining the quality of oilseeds based on the regularities of nuclear magnetic relaxation characteristics. In: IV traditional scientific and technical conference, the CIS countries «Processes and equipment of ecological production». Volgograd, 1998, p. 34. (In Russ.).
7. Prudnikov SM, Vityuk BYa, Zverev AV et al. Instrumental control of the quality of oil seeds and their processing products. Oils and fats. 2010;5–6:5–6. (In Russ.).
8. Farrar T, Becker E. Pulse and Fourier spectroscopy of NMR. Moscow: Mir; 1973. 253 p. (In Russ.).
9. Mineev VG. Workshop on agrochemistry. (2001) Teaching aid. Publishing House of Moscow State University, Moscow. (In Russ.).
10. Popov PS, Aspiotis EKh. (1973) Determination of seed oil content by nuclear magnetic resonance method. In: Collection. Methods of biological research in the selection of oil crops, Krasnodar, p. 120 (In Russ.).
11. Aspiotis HE (1978) Performing bulk analyzes for oil and moisture by nuclear magnetic resonance. In: Collection of materials of the VII International Conference on Sunflower, Published in Kolos, Krasnodar, 1978. (in Russ.).

12. Способ одновременного определения масла и воды семян масличных культур: А.с. 1192492 СССР.
13. Ядерно-магнитный количественный экспресс-анализатор: А.с. 1160289 СССР.
14. Витюк Б. Я., Аспиотис Е. Х. Стандартные образцы для градуировки и поверки ЯМР-анализаторов масличности и влажности семян масличных культур. // I Всесоюзное совещание спектроскопии координационных соединений: Тез. докл. Краснодар, 1980. С. 16.
15. ЯМР-анализатор АМВ-1006М. Руководство по эксплуатации МР2.00495.964 РЭ. Краснодар: ВНИИМК, 2016. 46 с.
16. Витюк Б. Я. Влияние физико-химических свойств масличных семян на параметры ядерной магнитной релаксации и повышение точности определения их качеством метода ядерного магнитного резонанса. дис. ... канд. техн. наук. Краснодар: ВНИИМК, 1986. 190 с.
17. Долгов О. Н., Воронков М. Г., Гринблат М. П. Кремнийорганические жидкие каучуки и материалы на их основе. Ленинград: б. н., 1975. 175 с.
18. Химия и технология кремнийорганических эластомеров. / Рейхофельд Л. [ред.]. //Химия. Ленинград. 1980. 234 с.
19. Бажант В., Хваловски В., Ратоуски И. Силиконы. Кремнийорганические соединения, их получение, свойства и применение // б. н., 1960: Москва. 1960: 710 с.
20. Агафонов О. С., Прудников С. М., Зверев Л. В., Складаров С. В. Ядерно-магнитные релаксационные характеристики протонов масла семян льна с различным жирно-кислотным составом // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур. 2017. Вып. 1 (169). С. 43–48.
21. Влияние массовой доли олеиновой кислоты на ЯМР характеристики протонов, содержащихся в семенах подсолнечника и в подсолнечных маслах / Прудников С. М. [и др.] // Технология и товароведение инновационных пищевых продуктов. 2017. № 5 (46). С. 3–8.
22. Об обеспечении единства измерений: федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ (ред. от 13.07.2015): 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.
12. Aspiotis EKh, Vityuk BYa, Prudnikov SM et al. (1983) A method for the simultaneous determination of oil and water of oilseed seeds. Certificate of authorship USSR, 1192492, 1983. (In Russ.).
13. Aspiotis EKh, Vityuk BYa, Malakhov EI et al. (1985) Nuclear-magnetic quantitative express analyzer. Certificate of authorship USSR, 1160289, 1985. (In Russ.)
14. Vityuk BYa, Aspiotis EKh. Standard samples for planning and verification of NMR analyzers of oil content and moisture of oilseeds. In: Abstracts of the First All-Union Conference, Spectroscopy of coordination compounds, Krasnodar, 1980. (In Russ.)
15. Federal scientific center «all-Russian research Institute of oilseeds named after V. S. Pustovoi» (2016) NMR analyzer AMV-1006M. Operating manual MR 2.00495.964 RE. Krasnodar. (In Russ.)
16. Vityuk BYa. (1986) Influence of physicochemical properties of oil seeds on the parameters of nuclear magnetic relaxation and increasing the accuracy of their determination by the quality of the nuclear magnetic resonance method. Dissertation, Federal scientific center «all-Russian research Institute of oilseeds named after V. S. Pustovoi». (In Russ.)
17. Dolgov ON, Voronkov MG, Grinblat MP. (1975) Siliconorganic liquid rubbers and materials based on them. Leningrad. (In Russ.).
18. Reihofeld L (1980) Chemistry and technology of organosilicon elastomers. Chemistry, Leningrad. p 234 (In Russ.)
19. Bazhant V, Khvalovsky V, Ratouski I (1960) Silicones. Silicone compounds, their preparation, properties and application. Moscow, p 710. (In Russ.)
20. Agafonov OS, Prudnikov SM, Zverev LP, Sklyarov SV. Nuclear magnetic relaxation characteristics of protons flax oil seeds with different fatty acid composition. Oil crops. Scientific and technical Bulletin of VNIIMK. 2017;1(169):43–48. (In Russ.)
21. Prudnikov SM, Agafonov OS, Zverev LV, Viktorova EP, Shakhray TA. The influence of the mass fraction of oleic acid on the NMR characteristics of the protons contained in sunflower seeds and sunflower oils. Technology and Commodity Research of Innovative Food Products. 2017; 5(46): 3–8. (In Russ.).
22. 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.)

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Прудников Сергей Михайлович – д. техн. н., профессор, заведующий отделом физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур имени В. С. Пустовойта. Российская Федерация, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, 17
e-mail: vniimk@rambler.ru

Витюк Борис Яковлевич – к. техн. н., ведущий инженер отдела физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур имени В. С. Пустовойта. Российская Федерация, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, 17
e-mail: vniimk-centr@mail.ru

Агафонов Олег Сергеевич – к. техн. н., старший научный сотрудник отдела физических методов исследований Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур имени В. С. Пустовойта. Российская Федерация, 350038, г. Краснодар, ул. им. Филатова, 17
e-mail: sacred_jktu@bk.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Sergey M. Prudnikov – D. Sc. (Eng.), Professor, Head of the Department of Physical Methods of Research, National Research Institute of Oil Crops n. a. V. S. Pustovoi. 17 Filatova St., Krasnodar, 350038, Russian Federation
e-mail: vniimk@rambler.ru

Boris Ya. Vityuk – Ph.D (Eng.), Lead Engineer at the Department of Physical Methods of Research, National Research Institute of Oil Crops n. a. V. S. Pustovoi. 17 Filatova St., Krasnodar, 350038, Russian Federation
e-mail: vniimk-centr@mail.ru;

Oleg S. Agafonov – Ph.D (Eng.), Senior Researcher at the Department of Physical Methods of Research, National Research Institute of Oil Crops n. a. V. S. Pustovoi. 17 Filatova St., Krasnodar, 350038, Russian Federation
e-mail: sacred_jktu@bk.ru;

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

■ ОБЗОР ОФИЦИАЛЬНЫХ ПЕРЕВОДОВ НА РУССКИЙ ЯЗЫК ДОКУМЕНТОВ ИСО / РЕМКО

ФГУП «УНИИИМ», являясь Научным методическим центром Государственной службы стандартных образцов, регулярно проводит работы, направленные на признание в Российской Федерации в качестве официально зарегистрированных в ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» переводов на русский язык основополагающих документов ИСО / РЕМКО, и при необходимости гармонизацию действующих национальных нормативных документов со стандартами ИСО / РЕМКО. К числу зарегистрированных в последнее время официальных переводов относится представленный ниже документ¹.

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ ИСО 17034:2016 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К КОМПЕТЕНТНОСТИ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ – ISO 17034:2016 GENERAL REQUIREMENTS FOR THE COMPETENCE OF REFERENCE MATERIAL PRODUCERS²

Номер регистрации официального перевода: 1020 / ISO.

Дата регистрации: 26.03.2018.

Стандартные образцы (СО) применяются на всех стадиях измерительного процесса, включая аттестацию (валидацию) методик (методов) измерений, калибровку и контроль точности (правильности). Они также используются при межлабораторных сличениях для оценивания профессионального уровня лаборатории.

Обеспечение условий научной и технической компетентности производителей СО является основным требованием, необходимым для гарантии качества производства СО. Спрос на новые СО более высокого качества увеличивается вследствие как повышения прецизионности измерительного оборудования, так и необходимости более точных и надежных данных в рамках научных и технических дисциплин. Производителю СО необходимо не только предоставить информацию о своих материалах в форме документов на СО,

но и продемонстрировать свою компетентность в части высококачественного производства СО.

Международная организация по стандартизации (ИСО) опубликовала ISO 17034:2016 «Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов». Ранее эти требования были рассмотрены в Руководстве ISO 34:2009, первоначально разработанном Комитетом ISO по стандартным образцам (ISO/REMCO). Необходимость в разработке международного стандарта была вызвана тем, что некоторые органы по аккредитации не могли сами аккредитоваться на соответствие требованиям, изложенным в руководстве, в то время как в других странах руководство ISO 34 могло служить стандартом в области оценки соответствия только в сочетании с ISO/IEC 17025. Для преобразования руководства ISO 34 в стандарт оценки

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

² ISO 17034:2016 General requirements for the competence of reference material producers. URL: <https://www.iso.org/standard/29357.html>

соответствия серии ISO/IEC 17000 Комитет по оценке соответствия ISO (ISO/CASCO) и ISO/REMCO объединили свои усилия. Совместная рабочая группа, сформированная экспертами и заинтересованными сторонами из двух комитетов, в течение двух лет провела необходимую работу и 01.11.2016 г. опубликовала на сайте ISO новый международный стандарт ISO 17034.

Во время трансформации структура стандарта ISO 17034 была гармонизирована с другими стандартами серии ISO/IEC 17000, а содержание стандарта ISO 17034 было согласовано с последними изданиями руководств ISO. В новом стандарте были более четко сформулированы требования к производству СО, включая требования к (несертифицированным) СО и дополнительные требования к сертифицированным СО.

По сравнению с ISO Guide 34:2009 в новый стандарт были внесены следующие основные изменения:

- включены требования к производству СО всех типов и установлены некоторые дополнительные требования для сертифицированных СО;
- стандарт приведен в соответствие с пересмотренными изданиями ISO Guide 31 и ISO Guide 35;
- включена более подробная информация, касающаяся требуемой документации СО;
- включены разделы о рисках и возможностях;
- структура документа перестроена с учетом общей структуры, принятой для других международных стандартов по оценке соответствия, разработанных CASCO.

Документ ISO 17034:2016, обеспечивая критерии по ISO/IEC 17025 для всех измерительных задач, выполняемых в процессе производства СО, позволяет производителю СО подтвердить компетентность на соответствие требованиям ISO 17034:2016 без наличия аккредитации на соответствие требованиям ISO/IEC 17025. Это стало возможным, поскольку ISO 17034 является стандартом серии ISO/IEC 17000. В то же время совпадение структуры нового стандарта и общей структуры стандартов по оценке соответствия (ISO/IEC 17000 series), разработанных ISO/CASCO, в значительной мере облегчает совместное использование стандарта ISO 17034 с ISO/IEC 17025 и ISO/IEC 17043.

С публикацией стандарта ISO 17034 были уточнены определения REMCO для СО и сертифицированного СО (CCO). Следует надеяться, что текущее составление документа-преемника для Руководства ISO 99/VIM3 будет учитывать определения СО/ССО, данные ISO/REMCO. Эта трансформация помогла также синхронизировать содержание ISO 17034:2016 с другими недавно пересмотренными руководствами ISO/REMCO.

Производители СО, отвечающие требованиям настоящего международного стандарта, будут также действовать согласно принципам ISO 9001. Для исследований, проводимых в области медицины, в качестве ссылочного документа вместо ISO/IEC 17025 предусмотрено использование ISO 15189.

ИНФОРМАЦИЯ. НОВОСТИ. СОБЫТИЯ

■ ЭТАЛОННАЯ БАЗА В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ РОССИИ /

MEASUREMENT STANDARD BASE OF RUSSIA IN THE FIELD OF PHYSICAL-CHEMICAL MEASUREMENTS

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-51-56

УДК 543.5

УЧАСТИЕ ФГУП «ВНИИФТРИ» В МЕЖДУНАРОДНЫХ СЛИЧЕНИЯХ В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

© В. И. Добровольский, Н. Г. Оганян, С. В. Прокунин, А. А. Стахеев

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических
и радиотехнических измерений (ВНИИФТРИ),
п. Менделеево, Московская обл., Российская Федерация
E-mail: mera@vniiftri.ru

Поступила в редакцию 1 февраля 2018 г., после доработки – 6 апреля 2018 г.
Принята к публикации – 15 апреля 2018 г.

В статье рассмотрено участие ФГУП «ВНИИФТРИ» в международных сличениях в области физико-химических измерений (рН-метрия и ионометрия (рХ)), а также в области измерений неорганических компонентов в различных матрицах, представлены измерительные и калибровочные возможности – СМС-строки в базе данных МБМВ.

Ключевые слова: сличения, эталон, стандарт-титр, буферный раствор, стандартный образец, электрохимический анализ, неорганический анализ, СМС-строка

Ссылка при цитировании:

Добровольский В. И., Оганян Н. Г., Прокунин С. В., Стахеев А. А. Участие ФГУП «ВНИИФТРИ» в международных сличениях в области физико-химических измерений // Стандартные образцы. 2018. Т. 14. № 1-2. С. 51–56. DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-51-56 (In Russ.).

For citation:

Dobrovolskiy V. I., Oganyan N. G., Prokunin S. V., Stakheev A. A. Participation of VNIIFTRI in international comparisons in the field of physical-chemical measurements. Reference materials. 2018; 14 (1-2): 51–56 (In Russ.). DOI 10.20915/2077-1177-2018-14-1-2-51-56.

PARTICIPATION OF VNIIFTRI IN INTERNATIONAL COMPARISONS IN THE FIELD OF PHYSICAL-CHEMICAL MEASUREMENTS

©Vladimir I. Dobrovolskiy, Narine G. Oganyan, Sergey V. Prokudin, Alexey A. Stakheev

All-Russian Research Institute for Physical-Engineering and Radiotechnical Metrology (VNIIFTRI)
Moscow Region, Russian Federation
E-mail: mera@vniiftri.ru

Received – 1 February 2018; Revised – 6 April 2018

Accepted for publication – 16 April 2018.

This paper considers the participation of FSUE «VNIIFTRI» in international comparisons: in the field of physical-chemical measurements, particularly in pH-metry and ionometry (pX); in the sphere of measuring inorganic components in various matrices. Measurement and calibration capabilities are presented – CMC lines in the BIPM database.

Keywords: comparisons, measurement standard, standard-titre, buffer solution, reference material, electrochemical analysis, inorganic analysis, CMC line

Научно-исследовательское отделение физико-химических и электрических измерений (НИО-6) ФГУП «ВНИИФТРИ», являясь одним из метрологических центров России, принимает активное участие в международных и региональных сличениях с целью подтверждения своих измерительных и калибровочных возможностей, развития эталонной базы (при участии в пилотных сличениях) и обеспечения единства измерений в России в области физико-химических измерений на уровне современных международных требований.

На сегодняшний день ученые НИО-6, по видам измерений трех государственных первичных эталонов:

- государственный первичный эталон показателя pH активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54–2011);
- государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах (ГЭТ 171–2011);
- государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов (ГЭТ 217–2018),

приняли участие в международных ключевых, дополнительных и пилотных сличениях, проводимых в рамках рабочих групп Консультативного комитета по количеству вещества (КККВ) международного бюро мер и весов (МБМВ) (CCQM BIPM) наравне с ведущими

и всемирно известными в данной области измерений институтами.

Уже в 2017 г. ученые, выполняющие исследования по усовершенствованию государственного первичного эталона единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов ГЭТ 163 (2015–2017 гг.), активно подключились к международным сличениям и планируют участие в двух проектах в рамках Рабочих групп по газовому и неорганическому анализу КККВ МБМВ (GAWG and IAWG of CCQM BIPM):

- CCQM – K150-P189–2017 Comparison for particle number and charge concentration;
- CCQM – P194–2018 Pilot comparison on the determination of number concentration of colloidal nanoparticles.

Для подтверждения эквивалентности измерений двух ГЭТ, находящихся на базе ФГУП «ВНИИФТРИ», ученые НИО-6 организовали региональные пилотные сличения в рамках КООМЕТ, выступив в качестве координаторов тем:

- Государственный первичный эталон единиц объемной плотности электрического заряда ионизированного воздуха и счетной концентрации аэроионов (ГЭТ 177–2010) – КООМЕТ: 573/RU/12 – Пилотные сличения: Пилотные сличения в области измерения счетной концентрации аэроионов;
- Государственный первичный эталон единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах (ГЭТ 212–2014) – КООМЕТ 583/

RU/12 – Пилотные сличения: определение концентрации растворенного кислорода в воде в широком диапазоне.

По теме KOOMET: 573/RU/12 уже составлен окончательный отчет, тема закрыта. По теме KOOMET 583/RU/12 готовится окончательный отчет для закрытия темы.

Государственный первичный эталон показателя рН-активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54–2011) и государственный первичный эталон рХ-показателей активности ионов в водных растворах (ГЭТ 171–2011)

Государственные первичные эталоны показателя рН активности ионов водорода и государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах имеют долгую историю и находятся на базе ВНИИФТРИ еще с начала 1990-х гг.

В июле 2013 г. оба эталона принял новый ученый-хранитель – к. техн. н., Прокунин Сергей Викторович. За 5 лет его работы сотрудники ФГУП «ВНИИФТРИ» приняли участие в 6 международных сличениях по своим измерительным и калибровочным возможностям на ГЭТ 54–2011 и ГЭТ 171–2011, проводимых на базе Рабочих групп по электрохимическому и неорганическому анализам КККВ МБМВ (EAWG and IAWG of CCQM BIPM):

- CCQM-K48.2014. Key comparison. Assay of Potassium Chloride [1];
- CCQM – P152.2014. Pilot Study. Acidity function of phthalate buffer in water/ethanol mixture (mass fraction 50 %), Draft A;
- CCQM – K99. 2015. Key comparison on pH of an unknown phosphate buffer [2];

- APMP.QM-K91. 2016 APMP comparison on pH measurement of phthalate buffer [3];
- CCQM – K18. 2016. Key comparison pH of carbonate buffer, Planned;
- CCQM-K19.20XX Key Comparison on Borate Buffer, Planned,

и организовали сличение на базе региональной метрологической организации KOOMET (ТК 1.8/ПК 3 «Электрохимия») «KOOMET 655/RU/15. Пилотные сличения по определению водородного показателя фосфатного буфера ~ 7,00», выступив в качестве координаторов темы. О ходе сличения «KOOMET 655/RU/15» неоднократно докладывалось на заседаниях технического комитета ТК 1.8 KOOMET и Рабочей группы EAWG CCQM BIPM. Работа находится на этапе завершения.

На рис. 1 и 2 приведены результаты участия ФГУП «ВНИИФТРИ» в международном сличении в рамках CCQM BIPM – APMP.QM-K91. 2016 (последнего из завершенных в перечне сличений по рН) (см. выше) [3]. Как видно из рис. 1 и 2, ученые НИО-6 провели свои измерения на высоком уровне. В проекте приняли участие: ROChem-LIPI (Индонезия), VMI (Вьетнам), CMI (Словакия), VNIIFTRI (Россия), Tubitak Ume (Турция), CENAM (Мексика), INACAL (Перу), NML-SIRIM (Малайзия), Belgim (Беларусь), GLHK (Гонконг).

Положительные результаты в ключевых и дополнительных международных сличениях позволили не только подтвердить эквивалентность результатов, полученных на государственном первичном эталоне ГЭТ-54, с лидирующими в данной области странами, подтвердить ранее имеющиеся пять СМС-строк в базе данных МБМВ, но и добавить еще одну строку по своим измерительным и калибровочным возможностям. Ниже приведены СМС-строки ФГУП «ВНИИФТРИ» по опреде-

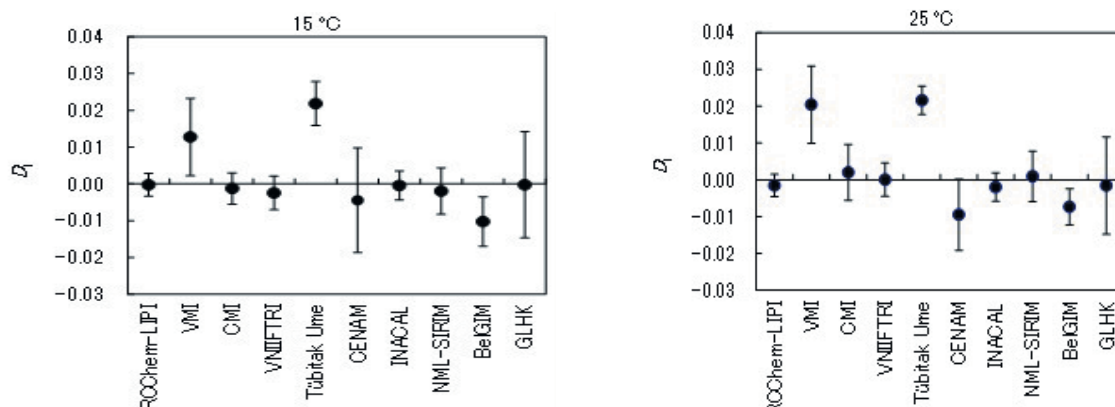
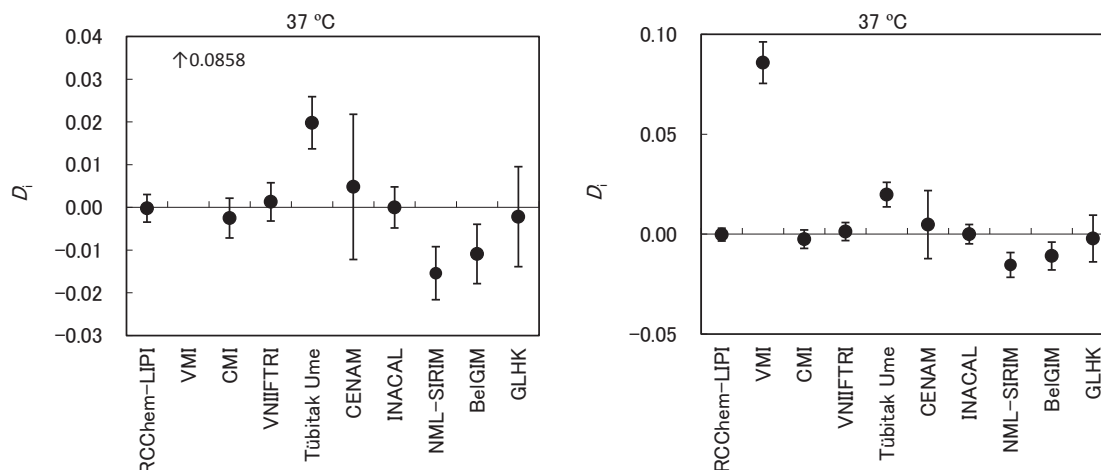


Рис. 1. Степень эквивалентности Di и расширенная неопределенность Ui при температурах 15 °C и 25 °C

Fig. 1. The degree of equivalence Di and expanded uncertainty Ui at the temperatures of 15 °C and 25 °C

Рис. 2. Степень эквивалентности D_i и расширенная неопределенность U_i при температуре 37 °CFig. 2. The degree of equivalence D_i and expanded uncertainty U_i at the temperature of 37 °C

лению pH с соответствующими неопределенностями измерений, при уровне доверия 95 % и коэффициенте охвата $k=2$:

- pH от 3,553 до 3,561, с расширенной неопределенностью 0,004;
- pH от 4,001 до 4,009 с расширенной неопределенностью 0,004;
- pH от 6,861 до 6,869 с расширенной неопределенностью 0,004;
- pH от 6,86 до 7,41 с расширенной неопределенностью 0,02;
- pH от 9,176 до 9,184 с расширенной неопределенностью 0,008;
- pH от 3,80 до 4,20 с расширенной неопределенностью от 0,02.

Сегодня на базе НИО-6 налажено производство стандарт титров и буферных растворов I и II разрядов для pH- и рХ-метрии, стандарт-титров ОВП, мер кислотности, рабочих эталонов активности ионов в водных растворах. Благодаря подтверждению своих измерительных возможностей на мировом уровне ФГУП «ВНИИФТРИ» с уверенностью может заявить о высоком качестве выпускаемой продукции.

Государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов (ГЭТ 217–2018)

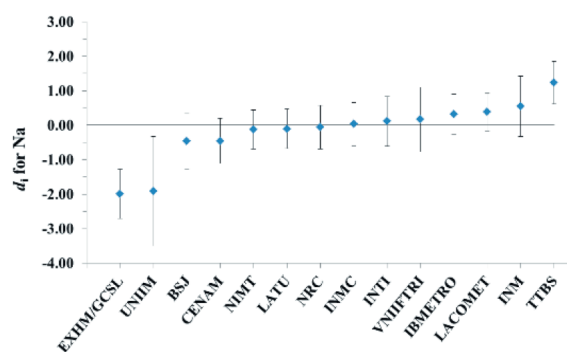
В период с 2013 по 2017 г. в НИО-6 ФГУП «ВНИИФТРИ» группой ученых лаборатории перспективных исследований НИО-6 был исследован и раз-

работан государственный первичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектральных методов ГЭТ 217-2018 (ученым-хранителем назначен к. техн. н., Стахеев Алексей Анатольевич).

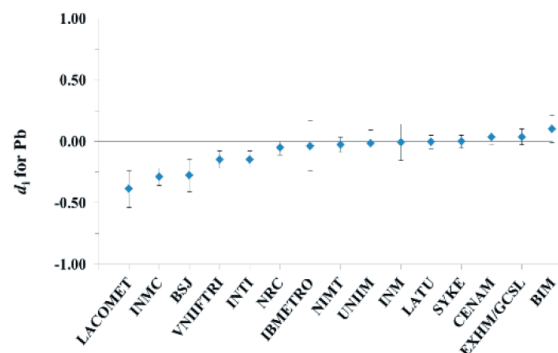
В процессе разработки ученые заявили о согласии принять участие в нескольких международных сличениях в рамках КККВ МБМВ:

- SIM.QM-S7 Supplementary Comparison. Trace Metals in Drinking Water [4];
- APMP.QM-S10 Supplementary Comparison. Elements in Food Supplement. Measurement completed;
- EURAMET.QM-S11 Supplementary Comparison. Elements in River Water. Protocol completed;
- CCQM-K128. Key comparison. Measurement of Heavy Metals and Organo-Tin in Leather Powder. In progress;
- CCQM-K145 Key comparison. Toxic and essential elements in bovin liver powder. Planned;
- CCQM-K155 and P196: Elements in seawater. Planned.

Из шести указанных тем сличений завершены дополнительные сличения SIM.QM-S7 «Остаточные количества металлов в питьевой воде», которые были объявлены в октябре 2015 г. и продолжались до конца 2017 г. Целью проекта была оценка аналитических возможностей точного определения следовых количеств металлов в питьевой воде национальных метрологических институтов (НМИ) и назначенных институтов (ДИ) стран-членов BIPM. В проекте приняли участие 16 НМИ/ДИ из 15 стран – Water (NRC (Canada), CNM (Mexico), INTI (Argentina), LTU (Uruguay), VNIIFTRI (Russia), BIM (Bulgaria), FEI (Finland), LCM (Costa Rica), The Bureau of Standards Jamaica (Jamaica), NIM (Thailand),

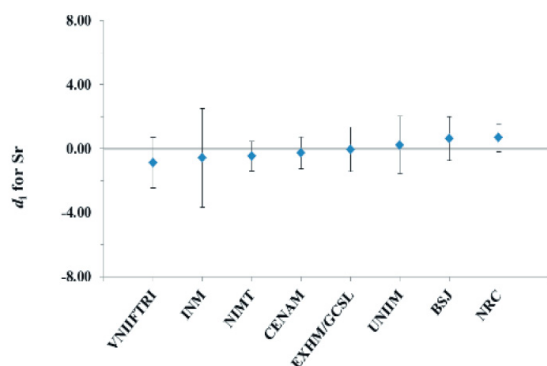


Equivalence statement for SIM.QM-S7 Na based on DSL calculation

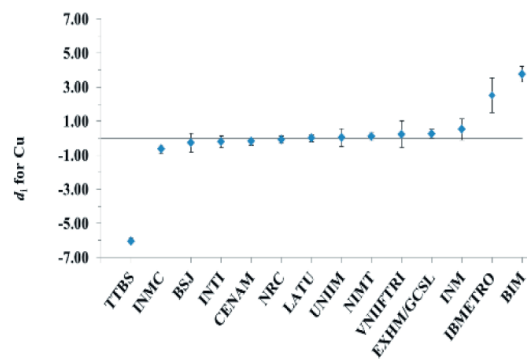


Equivalence statement for SIM.QM-S7 Pb based on DSL calculation

Рис. 3. Степень эквивалентности измерений натрия и свинца на ГЭТ 217 с различными странами в сличении SIM.QM-S7
Fig. 3. The degree of equivalence between sodium and lead measurements using GET 217 and the results of various countries participating in the comparison SIM.QM-S7



Equivalence statement for SIM.QM-S7 Sr based on DSL calculation



Equivalence statement for SIM.QM-S7 Cu based on DSL calculation

Рис. 4. Степень эквивалентности измерений стронция и меди на ГЭТ 217 с различными странами в сличении SIM.QM-S7
Fig. 4. The degree of equivalence between strontium and copper measurements using GET 217 and the results of various countries participating in the SIM.QM-S7

NIM (Romania), NMI (Colombia), UNIM (Russia), GSCL (Greece), IBM (Bolivia), Trinidad and Tobago Bureau of Standards (Trinidad) [4]. Координаторы оставили выбор метода измерения за НМИ/ДИ. Согласно полученным отчетам, большинство НМИ/ДИ в своих анализах использовали масс-спектрометрию с индуктивно-связанной плазмой ICP-MS. ФГУП «ВНИИФТРИ» (ГЭТ 217-2018 был в статусе разрабатываемого эталона) заявил о своем участии по всем четырем предлагаемым элементам.

В завершение работ, проект SIM.QM-S7 был одобрен участниками рабочей группы CCQM IAWG как успешный. На рис. 3 и 4 приведены результаты участия ФГУП «ВНИИФТРИ» в сличении SIM.QM-S7 «Остаточные количества металлов в питьевой воде» [4].

С учетом положительного участия в проекте (начало 2018 г.) ФГУП «ВНИИФТРИ» подал заявку на получение 4 новых СМС-строк в базе данных МБМВ. Полученные новые СМС-строки по определению массовой доли остаточных количеств металлов в питьевой воде с соответствующими неопределенностями измерений, при уровне доверия 95 % и коэффициенте охвата $k=2$ указаны ниже:

- Cu (медь) 1–100 $\mu\text{г/кг}$, с расширенной неопределенностью 0,11–8 $\mu\text{г/кг}$;
- Sr (Стронций) 1–100 $\mu\text{г/кг}$, с расширенной неопределенностью 0,05–3,5 $\mu\text{г/кг}$;
- Pb (Свинец) 0,1–100 $\mu\text{г/кг}$, с расширенной неопределенностью 0,015–10 $\mu\text{г/кг}$;

- Na (Натрий) 0,5–50 мг/кг, с расширенной неопределенностью 0,035–2,5 мг/кг.

Полученное признание измерительных возможностей эталона ГЭТ 217-2018 в указанных диапазонах с указанными неопределенностями позволит лаборатории наладить производство сравнительно недорогих стандартных образцов металлов меди, стронция, свинца и натрия в водных растворах, прослеживаемых к СМС-строкам базы данных МБМВ (KCDB BIPM) и имеющих характеристики, не уступающие зарубежным аналогам. Положительные результаты в других открытых проектах сличений позволят ФГУП «ВНИИФТРИ» увеличить количество СМС-строк с дальнейшей перспективой расширения

перечня разрабатываемых стандартных образцов неорганических компонентов в жидкостях.

Таким образом, ученые ФГУП «ВНИИФТРИ» не только подтвердили и расширили свои измерительные и калибровочные возможности на международном уровне на действующих эталонах ГЭТ 54–2011 и ГЭТ 171–2011, но и доказали на стадии разработок функциональные возможности нового эталона ГЭТ 217-2018, получив 4 новые СМС-строки в базе данных МБМВ по результатам одного завершённого проекта сличения из 6 открытых.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Liandi M. A. et al. CCQM-K48.2014: assay of potassium chloride Metrologia. 2016; 53: 08012. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/53/1A/08012>
2. CCQM-K99 Final Report, 18 pp., Chemistry and Biology, list of comparison, KCDB, BIPM. https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K99/CCQM-K99_Final_Report.pdf
3. Akiharu Hioki et al. Final report of the key comparison APMP.QM-K91: APMP comparison on pH measurement of phthalate buffer. Metrologia. 2017; 54: 08002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/54/1A/08002>
4. Lu Yang et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water. Metrologia. 2018; 55: 08002. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/55/1A/08002>

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Добровольский Владимир Иванович – к. техн. н., начальник научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ». Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл. e-mail: mera@vniiftri.ru

Оганян Нарине Гарегиновна – к. хим. н., заместитель начальника научно-исследовательского отделения физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ». Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл. e-mail: oganyan@vniiftri.ru

Прокунин Сергей Викторович – к. техн. н., начальник лаборатории метрологического обеспечения биологических и информационных технологий ФГУП «ВНИИФТРИ». Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл. e-mail: prokunin@vniiftri.ru

Стахеев Алексей Анатольевич – к. техн. н., научный сотрудник ФГУП «ВНИИФТРИ». Российская Федерация, п. Менделеево, Московская обл.

REFERENCES

1. Liandi MA et al. CCQM-K48.2014: assay of potassium chloride Metrologia. 2016; 53: 08012. doi:10.1088/0026-1394/53/1A/08012
2. CCQM-K99 Final Report, 18 pp., Chemistry and Biology, list of comparison, KCDB, BIPM. https://www.bipm.org/utis/common/pdf/final_reports/QM/K99/CCQM-K99_Final_Report.pdf
3. Akiharu Hioki et al. Final report of the key comparison APMP.QM-K91: APMP comparison on pH measurement of phthalate buffer. Metrologia. 2017; 54: 08002. doi: 10.1088/0026-1394/54/1A/08002
4. Lu Yang et al. Final report of the SIM.QM-S7 supplementary comparison, trace metals in drinking water. Metrologia. 2018; 55: 08002. doi:10.1088/0026-1394/55/1A/08002

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Vladimir I. Dobrovolskiy – Ph.D (Eng.), Head of Research Department of Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation e-mail: mera@vniiftri.ru

Narine G. Oganyan – Ph.D (Chem.), Deputy Head of Scientific Research Department of Physical-Chemical and Electrical Measurements, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation. e-mail: oganyan@vniiftri.ru

Sergey V. Prokunin – Ph.D (Eng.), Head at the Laboratory of Metrological Support of Biological and Information Technologies, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation. e-mail: prokunin@vniiftri.ru

Alexey A. Stakheev – Ph.D (Eng.), Researcher, FSUE «VNIIFTRI». Mendeleev, Moscow Region, Russian Federation.

БИБЛИОТЕКА / LIBRARY

■ ОБЗОР ПУБЛИКАЦИЙ ПО СТАНДАРТНЫМ ОБРАЗЦАМ / OVERVIEW OF PUBLICATIONS ON REFERENCE MATERIALS

В этом разделе редакция журнала предлагает читателям познакомиться со статьями, посвященными стандартным образцам. Из журналов по теме мы выбираем несколько статей, которые, на наш взгляд, могут быть интересны специалистам в области стандартных образцов. В каждом выпуске журнала «Стандартные образцы» представляются аннотации наиболее интересных статей, опубликованных в российских и зарубежных журналах. Со всеми аннотациями, 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 для публикации в указанном разделе, а также 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 2017–2018 гг., в профильных журналах: «Аналитика и контроль», «Заводская лаборатория. Диагностика материалов», «Труды ВИАМ», «Химико-фармацевтический журнал».

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. № 4. С. 6–15. С. 322–331.

DOI: 10.15826/analitika.2017.21.4.001

СООТВЕТСТВИЕ ПОЛОЖЕНИЙ СТАНДАРТОВ ГОСТ Р ИСО 5725 ПРИ ОЦЕНКЕ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Архангельская Е. А., Заморонова Э. Л.

Аннотация: Поскольку стандарты ГОСТ Р ИСО 5725–2002 внесли кардинальные изменения в существовавшие подходы к оценке точности измерений, подошло время подвести промежуточный итог результативности их внедрения и привести обобщенные выводы о сложившейся на данный момент практике применения положений этих стандартов. В статье рассмотрены особенности практического применения положений данных стандартов с целью привлечения внимания сотрудников технических комитетов по стандартизации в области метрологии к необходимости проведения анализа и оценки результативности прямого применения новых, принятых в международной практике подходов при внедрении международных стандартов в виде аутентичных переводов. Рассмотрены введенные стандартами термины и их соответствие требованиям, установленным нормативными документами государственной системы обеспечения единства измерений. Проанализированы применяемые в стандартах статистические методы для оценки различий между результатами измерений. Приведены выводы о принятых в международных стандартах ИСО 5725 подходах для достижения минимальных расхождений при сопоставлении измерений, производимых в процессе совместного оценочного межлабораторного эксперимента.

Ключевые слова: ГОСТ Р ИСО 5725, оценка точности, качество, метод измерений, стандартные образцы, математическая статистика, коэффициент критического диапазона

Журнал «ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ. ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ»

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

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

2018. Т. 84. № 1 (2). С. 6–13.

doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-6–13

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ

Аккланд М. И., Поносов В. И.

Аннотация: Статья имеет методическую направленность. Главная цель статьи – объяснить значение стандартных образцов, принципы, на которых основано их применение, и обратить внимание на общие положения, которые следует иметь в виду при пользовании ими.

Ключевые слова: стандартные образцы, аналитическая химия, заводская лаборатория, применение стандартного образца

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

2018. Т. 84. № 1 (2). С. 14–22.

doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-14–22

ИНСТИТУТУ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ – 55 ЛЕТ! РАЗРАБОТКА И ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ МАТЕРИАЛОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

Степановских В. В.

Аннотация: В марте 2018 г. ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО») исполняется 55 лет. Рассмотрены результаты деятельности ЗАО «ИСО» по разработке и производству стандартных образцов (СО) сырья и материалов металлургического производства за последние пять лет. Номенклатура СО, производимых институтом, включает сырье (руды и концентраты, ферросплавы и лигатуры, флюсы, огнеупоры), металлы (чугун, сталь, сплавы на никелевой основе) и отходы металлургического производства. Институт аккредитован как производитель СО в соответствии с требованиями международного стандарта ISO Guide 34. Испытательный аналитический центр ЗАО «ИСО» (ИЦ) применяет как классические химические, так и современные физико-химические и физические методы анализа. ИЦ аккредитован в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 в национальной системе аккредитации. Компетентность Испытательного Центра неоднократно подтверждена участием в межлабораторных экспериментах по аттестации СО зарубежного производства, в том числе СО Европейского союза (ECRM). Организацию межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний (МСИ) выполняет провайдер МСИ ЗАО «ИСО», аккредитованный в Национальной системе аккредитации на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17043:2013. В статье обсуждены противоречия в нормативном и правовом регулировании и возникающие при этом трудности в деятельности производителей СО в России. Утверждение СО, применимых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений (ГСО), возможно только на основании положительных результатов испытаний. Данная процедура (испытания СО в целях утверждения типа) не имеет аналогов в мировой практике. В 2015 г. ЗАО «ИСО» прошло аккредитацию на право выполнения работ по испытаниям СО в целях утверждения типа. В 2013–2017 гг. Институтом разработано и аттестовано 7 комплектов СО стали и 3 комплекта СО чугуна для спектрального анализа (монолиты), а также 46 СО для химических методов анализа (в дисперсной форме), в том числе углеродистой и легированной СО стали, чугуна, ферросплавов, руд и концентратов, металлургических шлаков.

Ключевые слова: стандартные образцы, материалы черной металлургии, утверждение стандартных образцов, контроль химического состава

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.
2018. Т. 84. № 1 (2). С. 23–27.
doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-23–27

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Колпакова Е. К., Хузагалеева Р. К., Степановских В. В.

Аннотация: Рассмотрен опыт организации межлабораторных сличительных (сравнительных) испытаний (МСИ), проводимых ЗАО «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО») в целях установления значений аттестуемых характеристик стандартных образцов и проверки квалификации лабораторий. Представлены данные по МСИ, проведенным ЗАО «ИСО» в 2012–2017 гг., а также информация о программе МСИ на 2018 г. Рассмотрены некоторые вопросы, которые возникли при аккредитации ЗАО «ИСО» в качестве провайдера межлабораторных сличительных испытаний.

Ключевые слова: межлабораторные сличения, межлабораторные сравнительные испытания, межлабораторные сличительные испытания, МСИ, стандартный образец, межлабораторный эксперимент, проверка квалификации лабораторий, провайдер межлабораторных сличительных испытаний

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.
2018. Т. 84. № 1 (2). С. 28–32.
doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-28–32

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОЧНОСТИ СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ И НИКЕЛЯ В СТАЛИ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МСИ

Котляревская Э. Н., Комина И. Г., Лашенцова Е. А.

Аннотация: Рассмотрены результаты оценки точности спектрального анализа стали по данным межлабораторных сличительных испытаний (МСИ), проводимых ЗАО «ИСО» в целях аттестации стандартных образцов и проверки квалификации лабораторий. Приведены данные по исследованию согласованности результатов спектрального анализа с результатами, полученными химическими методами, и их сопоставлению с аналогичными данными МСИ зарубежных СО.

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания (МСИ), стандартные образцы (СО), среднее квадратическое отклонение (СКО), концентрационные зависимости

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.
2018. Т. 84. № 1 (2). С. 33–37.
DOI.ORG/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-33–37

РАЗРАБОТКА НОВЫХ КОМПЛЕКТОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СТАЛЕЙ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Третьякова М. В., Игнатенко Т. И., Лашенцова Е. А., Трофимова А. Г.

Аннотация: Институтом стандартных образцов выпущены комплекты стандартных образцов утвержденного типа (ГСО) для спектрального анализа нержавеющих сталей и сплавов на железоникелевой основе ИСО ЛГ70–ИСО ЛГ75 (ГСО 1056–2017), ИСО ЛГ76–ИСО ЛГ82 (ГСО 10744–2016), углеродистых и низколегированных сталей ИСО УГОл–ИСО УГ9л. Показана возможность применения этих комплектов для градуировки атомно-эмиссионных и рентгенофлуоресцентных спектрометров и контроля точности результатов анализа. Выполнен эксперимент по исследованию согласованности данных комплектов с образцами предыдущих выпусков и аналогичными образцами зарубежного производства.

Ключевые слова: прослеживаемость, калибровка (градуировка), стандартные образцы, комплекты стандартных образцов утвержденного типа, сталь, атомно-эмиссионный и рентгенофлуоресцентный спектральный анализ

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.
2018. Т. 84. № 1 (2). С. 38–41.
DOI.ORG/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-38–41

ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛА НОВОГО КОМПЛЕКТА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ЧУГУНОВ

Третьякова М. В., Лашенцова Е. А.

Аннотация: В 2017 г. Институт стандартных образцов выпустил новый комплект стандартных образцов (СО) для спектрального анализа чугунов ИСО ЧГ50–ИСО ЧГ55. Образцы данного комплекта изготовлены по новой технологии, что позволит оптимально использовать объем материала СО. Для оценки вклада погрешности от неоднородности материала в общую погрешность СО

провели специальный эксперимент по исследованию однородности. Оценили согласованность аттестованных характеристик нового комплекта СО чугуна со значениями для образцов из ранее выпущенных комплектов. Показана возможность применения комплекта ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 для градуировки атомно-эмиссионных и рентгенофлуоресцентных спектрометров.

Ключевые слова: чугун, атомно-эмиссионный спектральный анализ, рентгенофлуоресцентный спектральный анализ, стандартные образцы, комплект стандартных образцов

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

2018. Т. 84. № 1 (2). С. 41–45.

doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-41–45

ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ГАЗООБРАЗУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ В СТАЛЯХ

Эндеберя Т. С., Шахова Ю. Н., Загороднова И. Н.

Аннотация: В целях обеспечения прослеживаемости измерений при определении углерода, серы, азота и кислорода в сталях для градуировки автоматических анализаторов использованы карбонат натрия, сульфат натрия и нитрат калия соответственно. Данный прием позволяет поставить методы сжигания и восстановительного плавления в токе инертного газа в один ряд с традиционными химическими методами анализа, включающими процедуру градуировки по веществу постоянного стехиометрического состава. Приведены результаты участия Испытательного аналитического центра ЗАО «Институт стандартных образцов» в межлабораторных экспериментах по определению газообразующих элементов в стандартных образцах сталей и чугунов EURONORM–CRM.

Ключевые слова: прослеживаемость, газообразующие элементы, градуировка, автоматические анализаторы, стандартные образцы

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

2018. Т. 84. № 1 (2). С. 46–48.

doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-46–48

ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ АТТЕСТОВАННЫХ ЗНАЧЕНИЙ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРЕДПРИЯТИЙ И ОТРАСЛЕЙ МАТЕРИАЛОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

Котляревская Э. Н., Валиахметова Е. Н.

Аннотация: Вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений при анализе материалов металлургического производства широко применяют стандартные образцы отраслей (ОСО) и предприятий (СОП), которые представляют собой наиболее многочисленную группу стандартных образцов. В статье рассмотрены схемы аттестации ОСО и СОП, обеспечивающие прослеживаемость их аттестованных значений.

Ключевые слова: прослеживаемость, стандартные образцы утвержденных типов, стандартные образцы предприятий и отраслей

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.

2018. Т. 84. № 1 (2). С. 49–53.

doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-49–53

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ В СТАЛИ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Попкова Г. Н., Базьянова В. В., Шахова Ю. Н.

Аннотация: Исследованы возможности метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) для определения низких содержаний (0,001–0,01)% алюминия в сталях. Выбраны аналитические линии алюминия и способ пробоподготовки, найдены оптимальные операционные параметры его определения. Разработана методика определения алюминия в стандартных образцах углеродистых и низколегированных сталей. Показатели точности полученных результатов соответствуют нормативным требованиям, предъявляемым к точности определения алюминия в продукции черной металлургии.

Ключевые слова: алюминий, определение, атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой, стандартные образцы, показатели точности, сталь

Заводская лаборатория. Диагностика материалов.
2018. Т. 84. № 1 (2). С. 54–56.
doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-54–56

ПРИМЕНЕНИЕ ВЕСОВОГО АВТОМАТИЧЕСКОГО ТИТРАТОРА «ТИТРИОН» ПРИ АТТЕСТАЦИИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Кулагина Е. С., Фокина Л. С.

Аннотация: В ИЦ ЗАО «ИСО» разработаны и внедрены методики амперометрического и потенциометрического определения хрома, марганца, ванадия и церия в сырье и материалах металлургического производства с использованием весового автоматического титратора «Титрион». Автоматизация процесса титрования, сбора и обработки данных снижает трудозатраты оператора, сокращает время анализа и улучшает его метрологические характеристики. Разработанные методики охватывают практически всю номенклатуру ГСО состава сырья и материалов металлургического производства в широком диапазоне определяемых содержаний, соответствуют предъявляемым метрологическим требованиям и внесены в отраслевой и федеральный реестры.

Ключевые слова: весовой автоматический титратор «Титрион» (весовая бюретка), стандартные образцы (СО), аттестация СО, ванадий, хром, марганец, церий, амперометрическое и потенциометрическое титрование, методики выполнения измерений, сырье и материалы металлургического производства, отраслевой и федеральный реестры

Журнал «Труды ВИАМ»

ISSN	0023–1134
Учредитель	Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://viam-works.ru

Труды ВИАМ.
2018. № 2. С.
dx.doi.org/ 10.18577/2307-6046-2018-0-2-4-4

РАЗРАБОТКА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА СПЛАВОВ АЛЮМИНИЕВЫХ ТИПА Д1, Д16

Ерошкин С. Г., Дынин Н. В.

Аннотация: При проведении количественного химического анализа спектральными методами для расчета содержания элементов в образце используют градуировочные зависимости аналитического сигнала от концентрации определяемого элемента. Для построения градуировочных зависимостей применяют стандартные образцы (СО) состава материала, которые также применяются для аттестации методик измерений, поверки средств измерений, контроля правильности и прецизионности результатов измерений и др. Во ФГУП «ВИАМ» разрабатывают и выпускают СО состава сплавов на различных основах, включая СО алюминиевых сплавов. Широкое применение алюминиевых сплавов в различных отраслях промышленности обуславливает спрос на СО алюминиевых сплавов и актуальность работ по их разработке и производству. В данной работе приведены результаты исследований материала СО алюминиевых сплавов Д1, Д16 и результаты аттестации СО. Приведена характеристика градуировочных зависимостей, полученных на спектрометрах двух типов.

Химико-фармацевтический журнал

ISSN	0023–1134
Учредитель	Фолиум
Страна	Россия
Периодичность	ежемесячно
Официальный сайт	http://chem.folium.ru

Химико-фармацевтический журнал.
2018. Т. 52. № 1. С. 60–64.

РАЗРАБОТКА ОТРАСЛЕВОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА СПЕЦИФИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ ЭРИТРОПОЭТИНА

Яковлев А. К., Волкова Р. А., Симутенко Л. В., Постнова Е. Л., Батуашвили Т. А., Воропаев А. А., Алпатова Н. А., Томилин В. А., Мыца Е. Д., Бондарев В. П., Меркулов В. А.

Аннотация: Основываясь на рекомендациях ВОЗ и разработанных принципах стандартизации эритропоэтинов, в качестве материала для кандидата в стандартный образец выбрана одна из фармацевтических субстанций эпоэтина альфа, внесенных в Государственный реестр лекарственных средств. По результатам контроля производителя выбранная фармацевтическая субстанция соответствовала требованиям нормативной документации, дополнительный контроль подлинности методом капиллярного зонного электрофореза показал присутствие 8 изоформ, что соответствует требованиям Европейской фармакопеи. Разработаны условия получения отраслевого стандартного образца в лиофилизированной форме. Аттестацию отраслевого стандартного образца провели в межлабораторных исследованиях, значение аттестованной характеристики – специфической активности – составило 2400 МЕ в 1 ампуле, доверительный интервал – от 94,5 до 105,8%. Изучение стабильности разработанного отраслевого стандартного образца позволило установить срок годности (5 лет при температуре хранения –20 °С) с возможностью его продления по результатам мониторинга стабильности.

Ключевые слова: эритропоэтин, специфическая активность, стандартный образец, аттестованное значение, доверительный интервал

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

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

Цели ведения Госреестра СО:

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

СВЕДЕНИЯ О НОВЫХ ТИПАХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

DATA ON NEW REFERENCE MATERIALS APPROVED IN 2018

С. Т. Агишева

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

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://www.gost.ru); <http://fundmetrology.ru/default.aspx>). Дополнительная информация на СО может быть получена по запросу, отправленному на e-mail: uniim@uniim.ru, gssso@gssso.ru или факс: 8 (343) 355-31-71.

ГСО 11018-2018 СО СТАЛЕЙ ТИПОВ У12А, 60С2, 05кп, 38Х2МЮА, 20Х1М1Ф1БР, 45ХН2МФА, 10ХСНД, 27ХН2МФЛ, 7ХГ2ВМФ, ХВГ (комплект ИСО УГОл – ИСО УГ9л)

СО предназначены для градуировки средств измерений (СИ) при определении состава сталей (ГОСТ 1435–99, ГОСТ 14959–79, ГОСТ 1050–2013, ГОСТ 4543–2016, ГОСТ 20072–74, ГОСТ 19281–2014, ГОСТ 21357–87, ГОСТ 5950–2000) спектральными методами, аттестации методик измерений. СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава сталей (ГОСТ 1435–99, ГОСТ 14959–79, ГОСТ 1050–2013, ГОСТ 4543–2016, ГОСТ 20072–74, ГОСТ 19281–2014, ГОСТ 21357–87, ГОСТ 5950–2000), 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 – сравнение со стандартным образцом, межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Комплект ИСО УГОл – ИСО УГ9л состоит из десяти экземпляров СО; материал СО приготовлен из сталей типов У12А, 60С2, 05кп, 38Х2МЮА, 20Х1М1Ф1БР, 45ХН2МФА, 10ХСНД, 27ХН2МФЛ, 7ХГ2ВМФ, ХВГ в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы диаметром (40–50) мм, высотой (25–32) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

ГСО 11019-2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ АЗОКСИМЕРА БРОМИДА В ВОДНОМ РАСТВОРЕ (СО-АБ-Петровакс Фарм)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли азоксимера бромида, осуществляемых при контроле качества различных форм фармацевтической субстанции «Полиоксидоний®», лекарственных препаратов и продуктов, содержащих действующее вещество азоксимера бромид, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии и спектрофотометрическим методом; испытаний СО; аттестации (валидации) методик измерений массовой доли азоксимера бромида в различных формах фармацевтической субстанции «Полиоксидоний®», лекарственных препаратах и продуктах, содержащих действующее вещество азоксимера бромид.

Область применения – фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля азоксимера бромида, г/г.

СО представляет собой жидкость вязкой консистенции желтоватого цвета, расфасованную по 5 г во флаконы из стекла вместимостью 10 см³ или 20 см³, закупоренные резиновыми пробками и обжатые алюминиевыми колпачками. На каждый флакон наклеена этикетка, флакон помещен в упаковку (пакет из непрозрачной воздушно-пузырчатой пленки) с наклеенной этикеткой.

ГСО 11020-2018 СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ (ФС-АРН)

СО предназначен для контроля точности (прецизионности) результатов измерений фракционного состава нефти и нефтепродуктов по ГОСТ 11011–85 в аппарате АРН-2.

Область применения – нефтяная, нефтеперерабатывающая, нефтехимическая и другие отрасли промышленности, связанные с производством, транспортом, хранением, применением и контролем качества нефти.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля выхода углеводородных фракций (%) в интервалах температур (°С): нк-62, 62–70, 70–80, 80–90, 90–100, 100–110, 110–120, 120–130, 130–140, 140–150, 150–160, 160–170, 170–180, 180–190, 190–200, 200–210, 210–220, 220–230, 230–240, 240–250, 250–260, 260–270, 270–280, 280–290, 290–300, 300–310, 310–320, 320–330, 330–340, 340–350, 350–360, 360–370, 370–380, 380–390.

Материал СО представляет собой очищенную от механических примесей, обессоленную и обезвоженную нефть, расфасованную в склянки с металлической навинчивающейся крышкой и этикеткой. Объем материала СО в склянке – 2 дм³.

ГСО 11020–2018 является аналогом ГСО 8459–2003 СО фракционного состава нефти и нефтепродуктов (ФС-АРН).

ГСО 11021-2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДОРОДА В ГИДРИДЕ ТИТАНА

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли водорода в гидридах металлов методом восстановительного плавления в потоке инертного газа; градуировки СИ, предназначенных для измерения массовой доли водорода в гидридах металлов методом восстановительного плавления в потоке инертного газа; поверки и (или) калибровки СИ при условии соответствия

метрологических и технических характеристик СО критериям, установленным в методиках поверки и (или) калибровки соответствующих СИ; контроля метрологических характеристик СИ при проведении испытаний, в том числе для утверждения типа.

Область применения – научные исследования, металлургия, атомная энергетика и промышленность, испытания и контроль качества продукции.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля водорода, %.

СО представляет собой дисперсный гидрид титана (порошок, стружка, дробь) крупностью от 50 мкм до 2 мм. СО расфасован по 10 г в пластиковые флаконы с закрывающимися крышками.

ГСО 11022-2018 СО МАКСИМАЛЬНОЙ ВЫСОТЫ НЕКОПЯЩЕГО ПЛАМЕНИ НЕФТЕПРОДУКТОВ (СО МВНП-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений максимальной высоты некопящего пламени по ГОСТ 4338–91, ГОСТ Р 53718–2009. СО могут применяться для аттестации аппаратов для определения максимальной высоты некопящего пламени.

Область применения – нефтехимическая и авиационная промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – максимальная высота некопящего пламени, мм.

Материал СО представляет собой раствор толуола (ГОСТ 5789–78) в реактивном топливе (ГОСТ 10227–86, марка ТС-1), расфасованный в стеклянный флакон с этикеткой, закрытый полиэтиленовой пробкой с плотно завинчивающейся крышкой. Объем материала во флаконе 50 см³.

ГСО 11023-2018 СО ЧУГУНА ЛЕГИРОВАННОГО ТИПА ЧХЗ (ИСО Ч6/1)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений при определении химического состава чугунов (ГОСТ 7769–82). 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 и другие отрасли.

Способ аттестации – сравнение со стандартным образцом, межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из чугуна легированного типа ЧХЗ в виде неокисленной стружки толщиной не более 0,4 мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009); материал СО расфасован в банки вместимостью 100 см³ с пластмассовой крышкой по (50–300) г.

ГСО 11024-2018 СО СОСТАВА СПЛАВОВ АЛЮМИНИЕВЫХ Д1, Д16 (комплект)

СО предназначены для аттестации методик (методов) измерений химического состава сплавов алюминиевых Д1, Д16 и аналогичных по химическому составу, контроля точности измерений химического состава сплавов алюминиевых Д1, Д16 и аналогичных по химическому составу, калибровки и поверки СИ.

Область применения – авиационная промышленность, металлургия.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Комплект состоит из пяти монолитных цилиндрических образцов. СО изготовлены в виде цилиндров диаметром 40 мм, высотой 30 мм.

ГСО 11025-2018 СО СУБСТАНЦИИ ГЛАТИРАМЕРА АЦЕТАТА

СО предназначен для градуировки СИ, валидации, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли глатирамера ацетата в фармацевтических препаратах, в состав которых входит глатирамера ацетат. СО может быть использован для поверки, калибровки СИ, испытаний СИ в целях утверждения типа при условии его соответствия требованиям методики поверки, калибровки, программ испытаний СИ.

Область применения – фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля глатирамера ацетата, %.

СО представляет собой порошок белого или белого со слабым желтоватым оттенком цвета – соль уксусной кислоты и синтетических полипептидов, являющихся продуктом полимеризации производных четырех L-аминокислот – глутаминовой кислоты, аланина, тиро-

зина и лизина, расфасованный не менее чем по 0,05 г во флаконы из темного стекла вместимостью 10 см³, герметично закупоренные пробками из резины и закрытые алюминиево–пластиковым колпачком с этикеткой.

ГСО 11026-2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА 2,4,6-ТРИНИТРОТОЛУОЛА (ТРОТИЛА) В АЦЕТОНИТРИЛЕ (ТНТ-ГосНИИХП-5)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля показателей точности в ходе проведения их испытаний, в том числе для утверждения типа; разработки и аттестации методик измерений; контроля качества результатов измерений в процессе применения методик измерений в соответствии с установленными в них алгоритмами контроля; проведения межлабораторных сравнительных испытаний.

Область применения – промышленность боеприпасной отрасли и спецхимии, охрана окружающей среды, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация 2,4,6–тринитротолуола в ацетонитриле, г/дм³. Материал СО представляет собой раствор 2,4,6–тринитротолуола в ацетонитриле, который расфасован в стеклянные флаконы или ампулы номинальным объемом 5 см³ или 20 см³. Флаконы герметично закрыты крышкой с септой из инертного материала при помощи кримпера (ампулы запаены). Флаконы (ампулы) упакованы в коробку из картона для потребительской тары (ГОСТ 7933–89).

ГСО 11027-2018 СО СОСТАВА РАСТВОРА 1,3,5-ТРИНИТРО-1,3,5-ТРИАЗАЦИКЛОГЕКСАНА (ГЕКСОГЕНА) В АЦЕТОНИТРИЛЕ (Гкс-ГосНИИХП-5)

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки СИ, а также контроля показателей точности в ходе проведения их испытаний, в том числе для утверждения типа; разработки и аттестации методик измерений; контроля качества результатов измерений в процессе применения методик измерений в соответствии с установленными в них алгоритмами контроля; проведения межлабораторных сравнительных испытаний.

Область применения – промышленность боеприпасной отрасли и спецхимии, охрана окружающей среды, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – массовая концентрация 1,3,5–тринитро-1,3,5–триазациклогексана в ацетонитриле, г/дм³.

Материал СО представляет собой раствор 1,3,5-тринитро-1,3,5-триазациклогексана в ацетонитриле, который расфасован в стеклянные флаконы или ампулы номинальным объемом 5 см³ или 20 см³. Флаконы герметично закрыты крышкой с септой из инертного материала при помощи кримпера (ампулы запаены). Флаконы (ампулы) упакованы в коробку из картона для потребительской тары (ГОСТ 7933–89).

ГСО 11028-2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В МИНЕРАЛЬНОМ МАСЛЕ (СНН01-ЭК)

СО предназначен для градуировки СИ, использующихся для определения массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентным методом, контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе для утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентным методом по ГОСТ Р 52660–2006 (ЕН ИСО 20884:2004), ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ 32139–2013, ГОСТ Р ЕН ИСО 20847–2010, АСТМ Д 4294; методом ультрафиолетовой флуоресценции по ГОСТ ISO 20846–2012, ГОСТ Р 56341–2015, ГОСТ Р 56342–2015. СО может применяться для поверки, калибровки соответствующих СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, методиках калибровки соответствующих СИ.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля серы, мг/кг.

СО представляет собой раствор серосодержащего вещества (дибутилдисульфида или дибутилсульфида) в белом минеральном масле, расфасованный объемом не менее 50 см³ или 100 см³ во флаконы из темного стекла или полимерные флаконы с завинчивающейся крышкой; объемом не менее 5 см³ – в запаенные стеклянные ампулы.

ГСО 11029-2018/ ГСО 11031-2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В МИНЕРАЛЬНОМ МАСЛЕ (набор СНН02-ЭК)

СО предназначены для градуировки СИ, использующихся для определения массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентным методом, контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе для утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точ-

ности результатов измерений массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентным методом по ГОСТ Р 52660–2006 (ЕН ИСО 20884:2004), ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ 32139–2013, ГОСТ Р ЕН ИСО 20847–2010, ASTM Д 4294; методом ультрафиолетовой флуоресценции по ГОСТ ISO 20846–2012, ГОСТ Р 56341–2015, ГОСТ Р 56342–2015. СО может применяться для поверки, калибровки соответствующих СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, методиках калибровки соответствующих СИ.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля серы, мг/кг.

СО представляют собой растворы серосодержащего вещества (дибутилдисульфида или дибутилсульфида) в белом минеральном масле, расфасованные объемом не менее 50 см³ или 100 см³ во флаконы из темного стекла или полимерные флаконы с завинчивающейся крышкой; объемом не менее 5 см³ – в запаянные стеклянные ампулы. В набор СНН02–ЭК входят три типа СО с индексами: СНН02–50–ЭК, СНН02–200–ЭК, СНН02–500–ЭК.

ГСО 11032–2018/ ГСО 11034–2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В МИНЕРАЛЬНОМ МАСЛЕ (набор СНН03–ЭК)

СО предназначены для градуировки СИ, использующихся для определения массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентным методом, контроля метрологических характеристик СИ при проведении их испытаний, в том числе для утверждения типа; аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах рентгенофлуоресцентным методом по ГОСТ Р 52660–2006 (ЕН ИСО 20884:2004), ГОСТ Р 51947–2002, ГОСТ 32139–2013, ГОСТ Р ЕН ИСО 20847–2010, ASTM Д 4294; методом ультрафиолетовой флуоресценции по ГОСТ ISO 20846–2012, ГОСТ Р 56341–2015, ГОСТ Р 56342–2015. СО может применяться для поверки, калибровки соответствующих СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, методиках калибровки соответствующих СИ.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля серы, %.

СО представляют собой растворы серосодержащего вещества (дибутилдисульфида или дибутилсульфида) в белом минеральном масле, расфасованные объемом не менее 50 см³ или 100 см³ во флаконы из темного стекла или полимерные флаконы с завинчивающейся крышкой; объемом не менее 5 см³ – в запаянные стеклянные ампулы. В набор СНН03–ЭК входят три типа СО с индексами: СНН03–0,1–ЭК, СНН03–0,5–ЭК, СНН03–1,0–ЭК.

ГСО 11035–2018 СО УДЕЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ СГОРАНИЯ (БЕНЗОЙНАЯ КИСЛОТА БКТ–ЛЕКО)

СО предназначен для градуировки калориметров с бомбой, контроля метрологических характеристик и заводских испытаний СИ, аттестации методик (методов) измерений, контроля точности результатов измерений, полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – химическая, угольная, коксовая, топливно–энергетическая, металлургическая и другие отрасли промышленности.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – удельная энергия сгорания, кДж/кг.

СО представляет собой таблетированную бензойную кислоту с массой таблеток в 1,0 г, расфасованных в пластмассовые банки по 70 штук, упакованных в картонные тубусы.

ГСО 11036–2018 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА В ТВЕРДОЙ МАТРИЦЕ (Fe–ТМ СО УНИИМ)

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

Область применения – охрана окружающей среды, химическая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля железа, %.

СО массовой доли железа в твердой матрице (Fe–ТМ СО УНИИМ), представляет собой диск диаме-

тром от 20 мм до 40 мм, высотой $(4,5 \pm 0,5)$ мм, изготовленный прессованием из смеси оксида железа (III) и борной кислоты. Экземпляр СО помещен в полиэтиленовый пакет и пластмассовый контейнер с этикеткой.

ГСО 11037-2018 СО ИЗОТОПНОГО СОСТАВА УГЛЕРОДА В ГАЗОВЫХ СМЕСЯХ ДИОКСИДА УГЛЕРОДА (ИСУДУ-ВНИИМ-ЭС)

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) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Область применения – газовая, химическая, пищевая, нефтяная промышленность, здравоохранение, экология, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная доля компонента, %; характеристика изотопного состава углерода $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$, ‰.

СО представляет собой искусственную газовую смесь диоксида углерода-12 ($^{12}\text{CO}_2$), диоксида углерода-13 ($^{13}\text{CO}_2$) в азоте или синтетическом воздухе. Смесь находится под давлением (7–15) МПа в алюминиевых баллонах типа Лаксфер вместимостью (1–50) дм³, в том числе с внутренним покрытием типов Aculife IV+Aculife III, Acuclean, Spectra Seal с латунными вентилями типов KB-1М, KB-1П, KB5-53М, ВЛ-16 или нержавеющими вентилями типа BC-16, BC-16Л, BC-16М. Возможно применение баллонов и вентилях других типов, обеспечивающих аналогичные характеристики газовых смесей, подтвержденные результатами испытаний.

ГСО 11038-2018 СО ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГРУНТА ГЛИНИСТОГО (СУГЛИНКА)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений влажности грунта на границе текучести методом балансного конуса, влажности грунта на границе раскатывания, плотности частиц грунта пикнометрическим методом. СО может применяться при проведении межлабораторных сличительных испытаний, проверке компетентности лабораторий.

Область применения – геология, строительство.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – влажность на границе текучести методом балансного конуса, %; влаж-

ность на границе раскатывания, %; плотность частиц пикнометрическим методом, г/см³.

СО представляет собой порошок крупностью менее 1 мм, приготовленный из грунта глинистого (суглинка), измельченного и высушенного до воздушно-сухого состояния, без органических включений. СО расфасован по 250 г в герметично закрытые полиэтиленовые пакеты с этикеткой.

ГСО 11039-2018 СО СОСТАВА ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКОЙ РУДЫ МЕСТОРОЖДЕНИЯ «КВАРЦЕВАЯ СОПКА» (СО-45)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений показателей состава полиметаллической руды месторождения «Кварцевая сопка» и других близких по составу объектов (руд, горных пород, почв, отходов, донных отложений). СО может использоваться при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях СИ в целях утверждения типа, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ, программах испытаний.

Область применения – горнодобывающая промышленность, металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля компонентов, %; млн⁻¹ (г/т).

Аттестованные значения установлены для материала, высушенного при температуре (105–110) °С.

Материал СО изготовлен из руды полиметаллической месторождения «Кварцевая сопка» (Салаирский кряж, Кемеровская область). СО представляет собой порошок с крупностью частиц не более 0,074 мм, расфасованный по 100 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы с этикеткой.

ГСО 11040-2018/ ГСО 11044-2018 СО СОСТАВА ТИТАНА (набор VST1)

СО предназначены для градуировки СИ, применяемых при определении состава титана и титана губчатого спектральными методами; аттестации методик измерений состава титана и титана губчатого. 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 – цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО изготовлен методом плавления из титана йодидного рафинирования марки ТИ1 (ТУ 48–4–286–86) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе титана. СО представляют собой цилиндры диаметром (55 ± 5) мм, высотой $(10–50)$ мм. СО в виде цилиндров упакованы в пластмассовую тару, на которую наклеена этикетка. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. Количество типов СО в наборе – 5.

ГСО 11045–2018 СО СОСТАВА ФЕРРОВАНАДИЯ МАРКИ ФВд50У0,5 (ФВд10)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли марганца в феррованадии марки ФВд50У0,5 титриметрическим, фотометрическим, атомно–абсорбционным и рентгеноспектральными методами. СО может использоваться для аттестации СО, градуировки СИ.

Область применения – металлургия, химическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля марганца, %.

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

ГСО 11046–2018 СО СОСТАВА ФЕРРОВАНАДИЯ МАРКИ ФВд50У0,5 (ФВд11)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли меди в феррованадии марки ФВд50У0,5 фотометрическим, атомно–абсорбционным и рентгеноспектральными методами. СО может использоваться для аттестации стандартных образцов, градуировки СИ.

Область применения – металлургия, химическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля меди, %.

СО представляет собой порошок феррованадия марки ФВд50У0,5 по ГОСТ 27130–94, ТУ 0853-043-00186341-2005, упакованный в стеклянные

банки с завинчивающимися крышками и этикетками, масса материала в банке не менее 250 г.

ГСО 11047–2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В АЗОТЕ (N_2 –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, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе–разбавителе азоте в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – кислород (O_2), водород (H_2), оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO_2), метан (CH_4), пропан (C_3H_8), этилен (C_2H_4), этан (C_2H_6), изобутан ($i-C_4H_{10}$), бутан (C_4H_{10}), изопентан ($i-C_5H_{12}$), пентан (C_5H_{12}), гексан (C_6H_{14}), аргон (Ar), гелий (He), пропилен (C_3H_6), неон (Ne), криптон (Kr), ксенон (Xe), оксид азота (NO), диоксид серы (SO_2), аммиак (NH_3), сероводород (H_2S), ацетилен (C_2H_2). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 и ли ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или аналогичных. Вместимость баллонов от 1 dm^3 до 50 dm^3 . Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Sp21,8, VGN, KB5-53M, KB-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

ГСО 11048-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В АЗОТЕ (N₂-МГПЗ-2)

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, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе–разбавителе азоте в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – кислород (O₂), водород (H₂), оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO₂), метан (CH₄), пропан (C₃H₈), этилен (C₂H₄), изобутан (i-C₄H₁₀), бутан (C₄H₁₀), изопентан (i-C₅H₁₂), пентан (C₅H₁₂), аргон (Ar), гелий (He), пропилен (C₃H₆), неон (Ne), криптон (Kr), ксенон (Xe), оксид азота (NO), диоксид серы (SO₂), аммиак (NH₃), сероводород (H₂S), ацетилен (C₂H₂). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxfer или аналогичных. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, КВБ-53М, КВ-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

ГСО 11049-2018 СО СОСТАВА ИСКУССТВЕННОЙ ГАЗОВОЙ СМЕСИ В ВОЗДУХЕ (Air-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, химическая, металлургическая, угольная промышленность, контроль технологических процессов и промышленных выбросов.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля компонентов, %.

СО представляет собой искусственную газовую смесь в газе–разбавителе воздухе в баллонах под давлением. Определяемые компоненты – оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO₂), метан (CH₄), пропан (C₃H₈), бутан (C₄H₁₀), гелий (He), водород (H₂), этилен (C₂H₄), этан (C₂H₆), гексан (C₆H₁₄), диоксид серы (SO₂), аммиак (NH₃), сероводород (H₂S). Смесь находится под давлением от 1 до 10 МПа в баллонах из углеродистой или легированной стали по ГОСТ 949–73; в баллонах из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, 03Х17Н14М2, 03Х17Н14М3 по ГОСТ 5632–2014, в том числе металлокомпозитных баллонах с лейнером из нержавеющей стали; в баллонах из алюминиевого сплава по ТУ 1411-016-03455343-2004, ТУ 1412-017-03455343-2004 или ТУ 1411-001-20810646-2015; в баллонах из алюминиевого сплава AA6061 типа Luxferили аналогичных. Вместимость баллонов от 1 дм³ до 50 дм³. Баллоны оборудованы запорными мембранными вентилями: латунными типа ВБМ-1, W19.2 Сп21,8, VGN, КВБ-53М, КВ-1П или их аналогами для негорючих смесей; латунными типа ВВ-55, ВВ-55М, ВВ-88, ВВ-400, ВВБ-54, ВВБ-54М или их аналогами для горючих смесей; из нержавеющей стали типа ВС-16, ВС-16Л, W19 или их аналогами для смесей, содержащих химически активные газы.

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

С. Т. Агишева

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

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 в первой половине 2018 г., представлены в табл. 1.

Таблица 1. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен в 2018 г.

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
<i>Приказ Росстандарта от 24 января 2018 г. № 98</i>		
ГСО 2713–91П/2716–91П	СО чугунов литейных типов Л1, Л3, Л6 и чугуна передельного типа ПФ2 (комплект СО ЧГ8–ЧГ11)	серийное
ГСО 7140–95	СО сталей легированных типов 20ХГНТР, 25С2Р, 40ХГТР (комплект СО УГ45–УГ48)	серийное
ГСО 8128–2002	СО пылевыбросов доменных (Э4)	серийное
ГСО 8876–2007	СО сталей легированных типов 09Х14Н19В2БР, 08Х15Н24В4ТР, 45Х22Н4МЗ, ХН35ВТ, 03Х21Н21М4ГБ, 31Х19Н9МВБТ, 20Х25Н20С2, 10Х11Н23Т3МР, 03ХН28МДТ (комплект СО ЛГ56–ЛГ64)	серийное
ГСО 8887–2007	СО чугунов типов ЛРЗ, АЧВ-1, ЧНМШ, АЧВ-2, Л5, ЧВГ45 (комплект СО ЧГ24–ЧГ28)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 24 января 2018 г. № 99</i>		
ГСО 10193–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-15	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
<i>Приказ Росстандарта от 24 января 2018 г. № 100</i>		
ГСО 10188–2013	СО счетной концентрации частиц в жидкости ЛМ–СК	серийное
ГСО 10189–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-2	серийное
ГСО 10190–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-3	серийное
ГСО 10191–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-5	серийное
ГСО 10192–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-10	серийное
ГСО 10194–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-20	серийное
ГСО 10195–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-43	серийное
ГСО 10196–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-65	серийное
ГСО 10197–2013	СО гранулометрического состава ЛМ-90	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 26 января 2018 г. № 130</i>		
ГСО 9103–2008	СО состава меди (комплект М-08)	единичное
ГСО 9282–2008	СО состава меди (комплект МГ)	единичное
ГСО 9422–2009	СО состава меди (МГ-4)	единичное
ГСО 10315–2013	СО состава меди (ММ-1)	единичное
<i>Приказ Росстандарта от 26 января 2018 г. № 131</i>		
ГСО 10202–2013	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (имитатор) (СО ССН–ПА)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 13 февраля 2018 г. № 298</i>		
ГСО 10059–2011	СО акустических свойств твердой среды (АСТС-1)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 13 февраля 2018 г. № 301</i>		
ГСО 7396–97	СО температуры текучести нефтепродуктов (CRM 01000–852–51)	серийное (ввоз)
<i>Приказ Росстандарта от 13 февраля 2018 г. № 318</i>		
ГСО 8356–2003	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТЗ-3)	серийное
ГСО 8357–2003	СО температур текучести и застывания нефтепродуктов (ТЗ-4)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 13 февраля 2018 г. № 319</i>		
ГСО 7395–97	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (CRM 01000–329–51)	серийное (ввоз)
ГСО 7397–97	СО температуры помутнения нефтепродуктов (CRM 01000–815–51)	серийное (ввоз)
ГСО 7399–97	СО вязкости нефтепродуктов (CVS 01000–445)	серийное (ввоз)
ГСО 8410–2003	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (CRM 01000–170–51)	серийное (ввоз)
ГСО 8411–2003	СО температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле (CRM 01000–256–51)	серийное (ввоз)
ГСО 8412–2003	СО температуры начала кристаллизации нефтепродуктов (CRM 01000–860–51)	серийное (ввоз)

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
ГСО 8413–2003	СО предельной температуры фильтруемости дизельного топлива на хо- лодном фильтре (CRM 01000–309–52)	серийное (ввоз)
ГСО 7470–98	СО состава раствора ионов цинка (Ц-10)	серийное
ГСО 7471–98	СО состава раствора ионов цинка (Ц-01)	серийное
ГСО 7472–98	СО состава раствора ионов кадмия	серийное
ГСО 7473–98	СО состава раствора ионов калия	серийное
ГСО 7474–98	СО состава раствора ионов натрия	серийное
ГСО 7475–98	СО состава раствора ионов кальция	серийное
ГСО 7476–98	СО состава раствора ионов железа (III)	серийное
ГСО 7477–98	СО состава раствора ионов висмута (III)	серийное
ГСО 7478–98	СО состава раствора хлорид–ионов	серийное
ГСО 7479–98	СО состава раствора нитрит–ионов	серийное
ГСО 7480–98	СО состава раствора сульфат–ионов	серийное
ГСО10203–2013	СО массовой доли ионола (агидола-1) в трансформаторном масле (комплект И–Тр–КН)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 21 февраля 2018 г. № 360</i>		
ГСО 7203–95/7204–95	СО состава водных растворов ионов сурьмы (III) (комплект № 23К)	серийное
ГСО 7238–96/7240–96	СО состава водных растворов ионов олова (IV) (комплект № 27К)	серийное
ГСО 10204–2013	СО состава раствора ионов хрома (VI) (Хр-10)	серийное
ГСО 8750–2006	СО массовой и объемной доли бензола в автомобильных бензинах (МОДБ-1)	серийное
ГСО 8751–2006	СО массовой и объемной доли бензола в автомобильных бензинах (МОДБ-2)	серийное
ГСО 8752–2006	СО массовой и объемной доли бензола в автомобильных бензинах (МОДБ-3)	серийное
ГСО 8753–2006	СО массовой и объемной доли бензола в автомобильных бензинах (МОДБ-4)	серийное
ГСО 8916–2007	СО поглощенной дозы фотонного и электронного излучений (сополимер с 4–диэтиламиноазобензоловым красителем) СО ПД(Э) –1/10	серийное
ГСО 9968–2011	СО состава смеси молочной (СМ СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 21 февраля 2018 г. № 361</i>		
ГСО 8553–2004	СО состава раствора ионов празеодима (III)	серийное
ГСО 8792–2006	СО состава раствора ионов палладия (II)	серийное
ГСО 8911–2007	СО состава раствора ионов циркония (IV)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 22 февраля 2018 г. № 377</i>		
ГСО 8192–2002	СО сталей легированных типов ШХ15, ШХ15СГ, ШХ4, ШХ20СГ, 20ХГНТР (комплект СО УГ75–УГ80)	серийное
ГСО 8193–2002	СО сталей типов 08кп, 18ЮА, С375Т, 38Х2МЮА, 60С2, 20ХН4ФА, 4ХЗВМФ, 27ХН2МФЛ (комплект СО РГ24–РГ31)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
ГСО 8207–2002	СО сталей легированных типов Р6М5К5, Р9М4К8, Р12Ф3, 11РЗАМЗФ2, Р6М5, Р9К5, Р6М5Ф3, Р18 (комплект СО РГ10–РГ18)	серийное
ГСО 8208–2002	СО стали углеродистой типа 20кп (УГ63)	серийное
ГСО 8209–2002	СО чугуна типа АЧВ-1 (Ч17)	серийное
ГСО 8937–2008	СО ферротитана типа ФТн25 (Ф42)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 27 марта 2018 г. № 548</i>		
ГСО 10452–2014	СО объемной доли ароматических и олефиновых углеводородов в автомобильных бензинах (ОДА ОУ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 27 марта 2018 г. № 550</i>		
ГСО 7751–2000	СО состава графитового коллектора микропримесей (комплект СОГ-24)	единичное
<i>Приказ Росстандарта от 27 марта 2018 г. № 551</i>		
ГСО 8484–2003	СО массовой доли алюминия, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, свинца, цинка, осажденных на фильтр из водного раствора (МО-1)	серийное
ГСО 8790–2006	СО температуры помутнения моторных топлив (ТПМТ-1)	серийное
ГСО 8791–2006	СО температуры помутнения моторных топлив (ТПМТ-2)	серийное
ГСО 8956–2008	СО открытой пористости и газопроницаемости горных пород	серийное
ГСО 10212–2013	СО массовой концентрации жира в изопропиловом спирте (СО ЖВМ–ПА)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 27 марта 2018 г. № 552</i>		
ГСО 8210–2002	СО состава раствора ионов меди	серийное
ГСО 8212–2002	СО состава раствора кремния	серийное
ГСО 8213–2002	СО состава раствора ионов железа (III)	серийное
ГСО 8214–2002	СО цветности водных растворов (хромато–кобальтовая шкала)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 27 марта 2018 г. № 553</i>		
ГСО 10218–2013	СО октанового числа нефтепродуктов (СО ОЧ–ПА)	серийное
ГСО 10219–2013	СО фракционного состава нефти (СО ФС–ТН–ПА)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 3 апреля 2018 г. № 615</i>		
ГСО 10279–2013	СО состава первичного концентрата гравитационного обогащения шихты вкрапленных и медистых руд (ГКБ-1)	единичное
<i>Приказ Росстандарта от 3 апреля 2018 г. № 616</i>		
ГСО 6150–92Д	СО объемной доли ферритной фазы (комплект ИФС)	серийное
ГСО 10225–2013	СО скорости распространения продольных и сдвиговых ультразвуковых волн в твердых материалах (комплект)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 3 апреля 2018 г. № 617</i>		
ГСО 10232–2013	СО состава отработанного алюмоплатинового катализатора (СО ПлРе-1)	единичное
ГСО 10233–2013	СО состава отработанного алюмоплатинового катализатора (СО ПлРе-2)	единичное
ГСО 10234–2013	СО состава отработанного алюмоплатинового катализатора (СО Пл-3)	единичное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
<i>Приказ Росстандарта от 4 апреля 2018 г. № 630</i>		
ГСО 8854–2007	СО состава раствора ионов ниобия (V)	серийное
ГСО 8857–2007	СО состава раствора ионов тантала (V)	серийное
ГСО 8858–2007	СО состава раствора ионов циркония (IV)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 4 апреля 2018 г. № 631</i>		
ГСО 8793–2006	СО состава раствора ионов родия (III)	серийное
ГСО 8855–2007	СО состава раствора ионов рения (VII)	серийное
ГСО 8856–2007	СО состава раствора ионов рутения (IV)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 4 апреля 2018 г. № 632</i>		
ГСО 7460–98	СО состава золы угля каменного (СО-1)	единичное
<i>Приказ Росстандарта от 11 апреля 2018 г. № 692</i>		
ГСО 8989–2008	СО массовой доли влаги зерна 1–го разряда	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 11 апреля 2018 г. № 693</i>		
ГСО 9263–2008	СО массовой доли хлорорганических соединений в нефти (СТ–Н–ХО)	серийное
ГСО 9264–2008	СО массовой концентрации хлористых солей в нефти (СТ–Н–ХС)	серийное
ГСО 9265–2008	СО массовой доли серы в нефти (СТ–Н–С)	серийное
ГСО 9266–2008	СО массовой доли воды в нефти (СТ–Н–В)	серийное
ГСО 9267–2008	СО кинематической вязкости нефти (СТ–Н–ВК)	серийное
ГСО 9268–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти (СТ–Н–МП)	серийное
ГСО 9269–2008	СО давления насыщенных паров нефти (СТ–Н–ДНП)	серийное
ГСО 9270–2008	СО массовой доли парафина в нефти (СТ–Н–П)	серийное
ГСО 9271–2008	СО фракционного состава нефти (СТ–Н–ФС)	серийное
ГСО 9272–2008	СО состава нефти (СТ–Н–ВХМ)	серийное
ГСО 9273–2008	СО состава и свойств нефти (СТ–Н–ПВС)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 11 апреля 2018 г. № 694</i>		
ГСО 7271–96	СО мутности (формазиновая суспензия)	серийное
ГСО 7353–97/ 7355–97	СО состава растворов фенола в метаноле (набор 1/ОР)	серийное
ГСО 7373–97	СО общей жесткости воды	серийное
ГСО 8936–2008	СО массовой доли твердых триглицеридов в жирах (комплект)	серийное
ГСО 8990–2008	СО массовой доли влаги зерна 2–го разряда	серийное
ГСО 10220–2013	СО массовой доли фурановых производных в трансформаторном масле (комплект Ф–Тр–КН)	серийное
ГСО 10221–2013	СО массовой доли ионола (агидола-1) в турбинном масле (комплект И–Турб–КН)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 апреля 2018 г. № 753</i>		
ГСО 10205–2013	СО гранулометрического состава СМС-250	серийное
ГСО 10206–2013	СО гранулометрического состава СМС-500	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
ГСО 10207–2013	СО гранулометрического состава СМС-650	серийное
ГСО 10425–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-1)	серийное
ГСО 10426–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-2)	серийное
ГСО 10427–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-3)	серийное
ГСО 10428–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-4)	серийное
ГСО 10429–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-5)	серийное
ГСО 10430–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-6)	серийное
ГСО 10431–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-7)	серийное
ГСО 10432–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-8)	серийное
ГСО 10433–2014	СО массовой доли серы в нефти и нефтепродуктах (СРФ-9)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 18 апреля 2018 г. № 754</i>		
ГСО 10692–2015	СО объемной (массовой) доли оксигенатов в бензинах (ИНТЕГРСО ОМД ОКГ-1)	серийное
ГСО 10693–2015	СО объемной (массовой) доли оксигенатов в бензинах (ИНТЕГРСО ОМД ОКГ-2)	серийное
ГСО 10694–2015	СО объемной (массовой) доли оксигенатов в бензинах (ИНТЕГРСО ОМД ОКГ-3)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 20 апреля 2018 г. № 774</i>		
ГСО 8991–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-0,005)	серийное
ГСО 8992–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-0,01)	серийное
ГСО 8993–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-0,05)	серийное
ГСО 8994–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-0,1)	серийное
ГСО 8995–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-0,25)	серийное
ГСО 8996–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-0,5)	серийное
ГСО 8997–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-1)	серийное
ГСО 8998–2008	СО массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах (МПН–ВНИИМ-2)	серийное
ГСО 8999–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-0,1)	серийное
ГСО 9000–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-0,3)	серийное
ГСО 9001–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-0,5)	серийное

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производ- ство СО
ГСО 9002–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-0,7)	серийное
ГСО 9003–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-1)	серийное
ГСО 9004–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-2)	серийное
ГСО 9005–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-3)	серийное
ГСО 9006–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-4)	серийное
ГСО 9007–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-5)	серийное
ГСО 9008–2008	СО массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (ВН–ВНИИМ-6)	серийное

СВЕДЕНИЯ О СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦАХ, В ОПИСАНИЯ ТИПОВ КОТОРЫХ ВНЕСЕНЫ ИЗМЕНЕНИЯ

Решением Росстандарта, оформленным в виде приказа «О внесении изменений в описания типов стандартных образцов», внесены изменения в описания ранее утвержденных типов стандартных образцов, в том числе по реквизиту «Срок годности экземпляра стандартного образца». Сведения по внесенным изменениям приведены в табл. 2.

Таблица 2. Стандартные образцы утвержденных типов, срок годности экземпляров которых изменен

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Установлен срок годности экзем- пляра СО
<i>Приказ Росстандарта от 27.03.2018 г. № 549</i>		
ГСО 10407–2014	СО состава и свойств нефти (СО СС-ТН-ПА)	5 лет
<i>Приказ Росстандарта от 27.03.2018 г. № 550</i>		
ГСО 7751–2000	СО состава графитового коллектора микропримесей (комплект СОГ-24)	30 лет
<i>Приказ Росстандарта от 27.04.2018 г. № 822</i>		
ГСО 9817–2011	СО давления насыщенных паров нефтепродуктов (ДНП-ПА)	5 лет
ГСО 9819–2011	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СО СН-ПА-1)	5 лет
ГСО 9820–2011	СО массовой доли серы в нефтепродуктах (СО СН-ПА-2)	5 лет
ГСО 9821–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-1)	5 лет
ГСО 9822–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-2)	5 лет
ГСО 9823–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-3)	5 лет
ГСО 9824–2011	СО плотности жидкости (СО ПЛЖ-ПА-4)	5 лет

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Установлен срок годности экзем- пляра СО
ГСО 9825–2011	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (СО МПН-ПА-1)	5 лет
ГСО 9826–2011	СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах (СО МПН-ПА-2)	5 лет
ГСО 9827–2011	СО вязкости жидкости (СО ВЖ-ПА-1)	5 лет
ГСО 9828–2011	СО вязкости жидкости (СО ВЖ-ПА-2)	5 лет
ГСО 9829–2011	СО массовой доли воды в нефтепродуктах (СО ВН-ПА)	5 лет
ГСО 9867–2011	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (СО ХСН-ПА-1)	5 лет
ГСО 9868–2011	СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах (СО ХСН-ПА-2)	5 лет

В следующих номерах журнала будет продолжена публикация сведений о вновь утвержденных типах стандартных образцов, о стандартных образцах, срок действия свидетельств которых продлен, о стандартных образцах, в описания типов которых внесены изменения по сроку годности экземпляров стандартных образцов в соответствии с принятыми Росстандартом решениями.

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

С целью повышения качества рукописей, публикуемых в журнале, и их соответствия международным требованиям, предъявляемым к научным публикациям, редакционная коллегия журнала просит авторов соблюдать правила, представленные ниже.

В журнале «Стандартные образцы» публикуются передовые и оригинальные статьи, материалы аналитического, научно-исследовательского, научно-методического, консультативного и информационного характера; переводы статей, опубликованных в зарубежных журналах (при согласии правообладателя на перевод и публикацию); обзоры; комментарии и отчеты о мероприятиях.

Не допускается направление в редакцию уже опубликованных статей или статей, отправленных на публикацию в другие журналы.

Мониторинг несанкционированного цитирования осуществляется с помощью системы «Антиплагиат».

Журнал приветствует статьи, имеющие потенциально высокий импакт-фактор и/или содержащие материал о значительных достижениях в указанных направлениях.

Условия опубликования статьи:

- представляемая для публикации статья должна быть ранее нигде не опубликованной, актуальной, обладать новизной, содержать постановку задач (проблем), описание основных результатов исследования, полученных автором, выводы;
- соответствовать правилам оформления, представленным ниже (а также на сайте журнала);
- с авторов плата за публикацию не взимается, авторское вознаграждение не выплачивается;
- статьи, содержащие результаты диссертационных работ, публикуются вне очереди.

Правила предоставления статьи:

- статья направляется в редакцию журнала по адресу: 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4, ФГУП «УНИИМ», главному редактору или ответственному секретарю на e-mail: taraeva@uniim.ru;
- статья представляется в бумажном виде и на электронном носителе (по e-mail или на диске) в формате Microsoft Word. Бумажный вариант должен полностью соответствовать электронному;
- текст статьи тщательно вычитывается и подписывается автором(ами), который(е) несет(ут) ответственность за научно-теоретический уровень публикуемого материала;
- при подаче статьи в редакцию автор соглашается с положениями лицензионного договора, размещенного на сайте журнала.

Правила оформления статьи:

При наборе статьи рекомендуется учитывать следующее:

1. Шрифт – Times New Roman, размер – 12 пт, межстрочный интервал – одинарный, форматирование – по ширине; все поля – по 20 мм, нумерация страниц обязательна. Объем статьи – до 20 страниц формата А4 (если статья превышает

этот объем, то редакция вправе публиковать статью частями, в 2 номерах). Особое внимание следует уделить качеству перевода метаданных статьи на английский язык. Желательно, чтобы перевод был выполнен носителем английского языка.

2. Необходимо указать УДК (<http://www.udk-codes.net>).

3. Заголовок статьи лаконично (не более 10 слов) и точно отражает содержание статьи, тематику и результаты проведенного научного исследования.

Приводится на русском и английском языках.

4. Аффiliation авторов. И.О.Ф. автора; полное наименование организации (сокращенное наименование организации), г. Город, Российская Федерация; ORCID; e-mail.

Очередность упоминания авторов напрямую зависит от их вклада в выполненную работу. Первым указывается автор, внесший наибольший вклад. При формировании перечня авторов необходимо соблюдать этические нормы соавторства, разработанные COPE (Committee on Publishing Ethics, <http://publicationethics.org>) (см. главу 4).

5. Аннотация на русском языке: выполняет функцию расширенного названия статьи и представляет ее содержание. Включает в себя основные разделы: Введение; Материалы и методы; Результаты исследования; Обсуждение и заключение.

Аннотация на английском языке, Abstract, информирует читателя об основных положениях статьи. Кратко обобщает исходные данные, цель, методы, результаты, выводы и область применения результатов всей работы. Abstract состоит из 200–250 слов. Abstract четко обозначает следующие составные части: Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusion.

6. Ключевые слова (8–12 слов / фраз) являются поисковым образом научной статьи. В связи с этим они отражают основные положения, достижения, результаты, терминологию научного исследования. Приводятся на русском и английском языках.

7. Благодарности. В этом разделе упоминаются люди, помогавшие автору подготовить настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

8. Основной текст статьи излагается на русском или английском языках и содержит следующие обязательные разделы:

1) Введение – постановка научной проблемы, ее актуальность, связь с важнейшими задачами, которые необходимо решить, значение для развития определенной отрасли науки или практической деятельности.

2) Обзор литературы. Описываются основные (последние по времени) исследования и публикации, на которые опирается автор; современные взгляды на проблему; трудности при разработке данной темы; выделение нерешенных вопросов в пределах общей проблемы, которым посвящена статья.

3) Материалы и методы. В данном разделе описываются процесс организации эксперимента, примененные методики, использованная аппаратура; даются подробные сведения об объекте исследования; указывается последовательность выполнения исследования и обосновывается выбор используемых методов (наблюдение, опрос, тестирование, эксперимент, лабораторный опыт и т.д.).

4) Результаты исследования. Это основной раздел, цель которого при помощи анализа, обобщения и разъяснения данных доказать рабочую гипотезу (гипотезы). Результаты исследования излагаются кратко, но при этом содержат достаточно информации для оценки сделанных выводов. Также обосновывается, почему для анализа были выбраны именно эти данные. Все названия, подписи и структурные элементы графиков, таблиц, схем и т.д. оформляются на русском и английском языках.

5) Обсуждение и заключение. В заключении суммируются результаты осмысления темы, делаются выводы, обобщения и рекомендации, вытекающие из работы, 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 настоящую статью; организации, оказавшие финансовую поддержку. Хорошим тоном считается выражение благодарности анонимным рецензентам. Приводятся на русском и английском языках.

7) Вклад соавторов. В конце рукописи рекомендуется включить примечание, в котором разъясняется фактический вклад каждого соавтора в выполненную работу. Приводится на русском и английском языках.

9. Библиографическое описание документов оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5–2008. Ссылаться нужно в первую очередь на оригинальные источники из научных журналов, включенных в глобальные индексы цитирования. Желательно использовать 20–40 источников. Из них

за последние 3 года – не менее 50 %, иностранных – не менее пяти источников, самоцитирование – не более трех источников. Следует указать DOI или адрес доступа в сети Интернет. Оформляется на русском и английском языках.

10. Аффилиация авторов. Ф.И.О. (полное), ученое звание, должность, организация(-и), адрес организации(-й) (требуется указать все места работы автора, в которых выполнялись исследования (постоянное место, место выполнения проекта и др.)), ORCID, электронная почта, телефон, почтовый адрес для отправки авторского экземпляра. Приводится на русском и английском языках.

Правила рецензирования статьи

В журнале «Стандартные образцы» принято «двойное слепое» (рецензент и автор не знают имен друг друга) рецензирование статей. Рецензент на основании анализа статьи принимает решение рекомендовать статью к публикации (без доработки или с доработкой) или статью отклонить. В случае несогласия автора статьи с замечаниями рецензента его мотивированное заявление рассматривается редакционной коллегией.

Политика редакции

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (COPE).

Допускается свободное воспроизведение материалов журнала в личных целях и свободное использование в информационных, научных, учебных и культурных целях в соответствии со ст. 1273 и 1274 гл. 70 ч. IV Гражданского кодекса РФ и лицензией Creative Commons CC BY 4.0. Иные виды использования возможны только после заключения соответствующих письменных соглашений с правообладателем.

Электронные версии статей размещаются на сайтах: журнала «Стандартные образцы», Российской государственной библиотеки, Научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU, электронной библиотеки «КиберЛенинка».

Журнал распространяется платно по подписке в редакции или через подписные агентства.

Ответственный секретарь: Тараева Наталия Сергеевна,
тел.: +7 (343) 350-72-42,
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru

© «Стандартные образцы», 2018

INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

In order to improve the quality of manuscripts published in the journal and their compliance to the international requirements set for scientific publications, the editorial board of the journal asks the authors to observe the rules provided below.

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

Submission of a paper that has been previously published or submitted for publication to other journals is not permitted.

Monitoring of unauthorized citations is provided by «Anti-plagiarism» service.

The journal gives preference to the articles with potentially high impact factor and/or containing significant advances in the indicated areas of science.

Conditions for paper publication:

- the paper submitted for publication must not have been previously published, must be relevant, have a new element, a problem statement, description of main results of the study, obtained by the author, conclusions;
- the paper submitted for publication must comply with the rules of formatting given below or on the website of the journal;
- there is no publication or royalty fee;
- papers containing results of thesis works are published on a priority basis.

Paper submission rules:

- the paper is submitted to the editorial office of the journal to the address: for Chief Editor «UNIIM», 4 Krasnoarmeyskaya St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation, or for Executive Secretary by e-mail: taraeva@uniim.ru;
- the paper is submitted in paper form and on electronic media (via e-mail or on disc) Microsoft Word format. The paper version must fully match the electronic version;
- the text of the paper must be proofread thoroughly and signed by the author(s) who is(are) responsible for the scientific and theoretical level of the material being published;
- upon submission of the paper to the editorial staff, the author accepts provisions of the license contract posted on the website of the journal.

Paper formatting rules:

The following points should be taken into consideration when typing the paper:

1. Font – Times New Roman, 12-point font size, line spacing – single line, indenting – justified; all margins – 20 mm each, page numbering is required. The paper shouldn't exceed the volume of 20 A4 pages (if the paper exceeds this limit, the editorial staff has the right to divide the paper for publication in two issues).

2. The title of the paper should be short (not more than 10 words) and informative and should cover the paper contents, the subject-matter and results of the conducted scientific study. The title is to be provided in Russian and English.

3. Affiliation of authors. Full name of the author; full name of the organization (abbreviation for the organization), town/city, the Russian Federation; ORCID; e-mail.

4. The order in which authors are mentioned depends directly on their contribution to the performed work. The first to be indicated is the author who has made the largest contribution. When making a list of authors, it is necessary to comply with ethical standards pertaining to co-authorship norms established by COPE (the Committee on Publication Ethics, <http://publicationethics.org>) (see Chapter 4).

5. The Abstract in English (hereinafter referred to as Abstract) informs the reader about main provisions of the article. The abstract states briefly the input data, the aim, methods, results, conclusions and the field of application for the results of the whole work. The Abstract consists of 200–250 words. It consists of 4 distinct parts: *Introduction; materials and methods; results; Discussion and Conclusions*.

6. Keywords (8–12 words/phrases) constitute the 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 article should be presented in Russian or in English and contains the following compulsory sections:

- 1) Introduction is a definition of the scientific problem, its relevance, its connection with the chief tasks to be solved, its im-

portance for the development of a definite area of science or for practical activities.

2) Literature review. It is necessary to describe the principal (most recent) studies and publications relied upon by the author; modern views on the issue; difficulties in the development of the subject; the allotment of the outstanding issues within the general problem of the article.

3) Materials and methods. This section describes the process of the experiment, procedures and equipment used; provides detailed information about the object of research; indicates the sequence of conducting research and justifies the choice of the methods used (observation, survey, test, experiment, laboratory test, etc.).

4) Results. This is the main section, which aims to prove a working hypothesis (or hypotheses) by analysis, synthesis and data clarification. The study results should be presented briefly, but at the same time contain enough information for the evaluation of conclusions made by the author. The choice of these data should be justified as well. All titles, signatures, and structural elements of graphs, tables, charts etc. should be in Russian and in English.

5) Discussion and conclusion. The conclusion contains results of reflection on the given topic, generalizations and recommendations resulting from the work, their practical significance is emphasized. Also, main directions for further research in this area are indicated.

6) Acknowledgements. This section should contain a reference to people who helped the author to prepare the present paper, organizations that provided financial support. It is considered good form to express gratitude to anonymous reviewers. The acknowledgements are to be provided in Russian and English.

7) Authors' contributions. At the end of the manuscript, authors should explain in the notes the actual contribution of each co-author to the work performed. It is to be provided in Russian and English.

9. Bibliography entries for documents should be drawn up according to GOST R 7.0.5–2008.

One should primarily refer to original sources from scientific journals included into global citation indexes.

It is advisable to refer to 20–40 sources. Out of them: not less than 50 % must be published within the past 3 years, not less than 5 sources should be foreign and not more than 5 sources should be self-citations. DOI or URL should be indicated. The bibliography is to be provided in Russian and English.

10. Affiliation of authors. Full name, academic title, position held, the name of the organization(s), the address of the organization(s) (all the places where the author's study was conducted are to be indicated (permanent place, place where the project took place, etc.)), ORCID ID, e-mail, phone number, postal address for delivery of the author's copy. This information is to be provided in Russian and English.

Paper review rules

The journal «Reference Materials» uses double-blind review (the reviewer and the author do not know each other's names).

A reviewer analyses an article and decides whether to recommend it for publication (after revision of without it), or to refuse it. In case of noncompliance of the author with the comment of the reviewer, his motivated statement is considered by the editorial board.

Editorial Staff policy

The Editorial Staff's policy is based on modern legal requirements concerning libel, copyright, legitimacy, plagiarism and supports Academic Periodicals Ethical Codex stated by the Committee on Publication Ethics and it is formed taking into account standards of ethics of editors' and publishers' work established by Code of Conduct and Best Practice Guidelines for Journal Editors and Code of Conduct for Journal Publishers, developed by the Committee on Publication Ethics (COPE).

Free recall of journal's material is allowed for personal purposes. Free use is permitted for informational, academic, educational and cultural purposes in compliance with paragraphs 1273 and 1274 of chapter 70, part IV of Civil Codex of Russia and license Creative Commons CC BY 4.0. Other types of use are possible only after making agreements in writing with the copyright holder.

Electronic versions of papers are posted on the websites of the journal «Reference Materials»; the Russian State Library; the Scientific Electronic Library eLIBRARY.RU; the Electronic Library CyberLeninka.

The journal is distributed by paid subscription at the editorial office or through subscription agencies.

Executive Secretary – Natalia S. Taraeva, tel.: +7 (343) 350-72-42,

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

www.rmjournal.ru

© «Reference Materials», 2018

