

ISSN 2077-1177

Стандартные образцы

Том Vol. **15**

№ **3**

2019



Reference
Materials

Том 15, № 3, 2019

«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

ООО Издательство
и типография «Альфа Принт»
620049, Свердловская обл,
г. Екатеринбург, пер. Автоматики, 2.
Тел.: 8 (800) 300-16-00
E-mail: mail@alfaprint24.ru

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 23.09.2019.
Дата выхода в свет 20.11.2019.
Формат 80×108 1/16. Печать офсетная.
Бумага ВХИ. Усл. печ. л. 6,6.
Тираж 100 экз. Заказ № 11031.

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

■ ЭТАЛОНЫ

- Проблема тождественности характеристик стандартных образцов
состава газовых смесей одного вида, выпускаемых
разными предприятиями** 5
Конопелько Л. А., Колобова А. В., Фатина О. В.

■ РАЗРАБОТКА, ПРОИЗВОДСТВО СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

- Перспективы разработки стандартных образцов термодинамических
свойств для метрологического обеспечения измерений
в области термического анализа и калориметрии
в Российской Федерации** 15
Казанцев В. В., Непомилуев А. М., Шипицын А. П.

- Разработка стандартных образцов в области физико-химического анализа.
Стандартные образцы состава водных растворов ионов алюминия, индия,
магния, никеля и титана** 23
Ермакова Я. И., Иванов А. В., Зябликова И. Н., Шобина А. Н.

- Разработка чувствительных плёночных стандартных образцов
поглощенной дозы для диапазона 50–1000 Гр** 33
Емельяненко И. А., Тенишев В. П.

■ ВОПРОСЫ ВЕДЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

- Сведения о новых типах стандартных образцов** 41
Агишева С. Т.

- Сведения о стандартных образцах утвержденных типов,
срок действия свидетельств которых продлен** 47
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.

«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

000 Publishing house
and printing house "Alpha Print"
2 Avtomatiki St., Ekaterinburg, 620049,
Russian Federation
Tel.: 8 (800) 300-16-00
E-mail: mail@alfaprint24.ru

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: 23.09.2019.
Date of publication: 20.11.2019.
Sheet size 80×108 1/16. Offset printing.
Royal paper. Conventional printed sheets 6,6.
Number of copies 100. Order No 11031.

ORIGINAL PAPERS

■ MEASUREMENT STANDARDS

- The problem of improving the quality of seriously issued certified reference materials of the composition of gas mixtures** 5
Konopelko L. A., Kolobova A. V., Fatina O. V.

■ DEVELOPMENT AND PRODUCTION OF REFERENCE

- Development of reference materials for thermodynamic properties: metrological support of measurements in the field of thermal analysis and calorimetry in Russia** 15
Nepomiluev A. M., Kazantsev V. V., Shipitsyn A. P.

- Development of certified reference materials for physicochemical analysis. Certified reference solutions for the composition of aqueous aluminum, indium, magnesium, nickel and titanium** 23
Ermakova I. I., Ivanov A. V., Zyablikova I. N., Shobina A. N.

- Radiation-sensitive film compositions for measuring absorbed doses within the 100-1000 Gy range** 33
Tenishev V. P., Emelyanenko I. A.

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

- Data on new Reference Materials Approved in 2018** 41
Agisheva S. T.

- Data on Type Approved Reference Materials the Validity Period of which has been Extended** 74
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.

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

ОТВЕТСТВЕННЫЙ СЕКРЕТАРЬ

Когновицкая Елена Андреевна

канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» г. Санкт-Петербург, Российская Федерация

ТЕХНИЧЕСКИЙ СЕКРЕТАРЬ

Тараева Наталия Сергеевна

ФГУП «УНИИМ» г. Екатеринбург, Российская Федерация

КОРРЕКТОР

Бортникова А. В.

ВЕРСТКА, ЦВЕТКОРРЕКЦИЯ

Таскаев В. В.

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ:

Атанов А. Н.

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

Барановская В. Б.

д. хим. наук, ФГБУН «Институт 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 «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Конопелько Л. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Крылов А. И.

д. хим. наук, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Кулев Д. Х.

д. техн. наук, ГНУ ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт 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 «Всероссийский научно-исследовательский институт 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-Петербургский горный университет», С. Петербург, РФ

Походун А. И.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Слаев В. А.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

Степановских В. В.

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

Сясько В. А.

д. техн. наук, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет», г. Санкт-Петербург, РФ

Чуновкина А. Г.

д. техн. наук, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, РФ

CHIEF EDITOR

Sergei V. Medvedevskikh

Ph. D. (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

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

Olga N. Kremleva

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

EXECUTIVE SECRETARY

Elena A. Kognovitskaya

Ph. D. (Phys.-Math.), Senior Researcher D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM)
Saint Petersburg, Russian Federation

TECHNICAL SECRETARY

Natalia S. Taraeva

UNIIM
Ekaterinburg, Russian Federation

PROOF-READER

Alena V. Bortnikova

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

ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ / ORIGINAL PAPERS

■ ЭТАЛОНЫ / MEASUREMENT STANDARDS

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-3-5-13

УДК 006.9:53.089.68:533.27

ПРОБЛЕМА ПОВЫШЕНИЯ КАЧЕСТВА СЕРИЙНО ВЫПУСКАЕМЫХ
СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

© Л. А. Конопелько, А. В. Колобова, О. В. Фатина

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д. И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»),
г. Санкт-Петербург, Российская Федерация
e-mail: fhi@b10.vniim.ru

Поступила в редакцию – 29 апреля 2019 г., после доработки – 31 мая 2019 г.

Принята к публикации – 3 июня 2019 г.

В настоящее время в РФ метрологическая прослеживаемость стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением, выпускаемых предприятиями-производителями стандартных образцов, осуществляется в соответствии с ГОСТ 8.578-2014.

С учетом того, что стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением применяются при испытаниях в целях утверждения типа средств измерений, поверке, калибровке и градуировке газоаналитических средств измерений, используемых для контроля взрывопожароопасных газов и паров, вредных компонентов в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны, выбросов транспортных средств и предприятий, контроля технологических процессов, качества углеводородной продукции и т. д., вопрос обеспечения качества серийно выпускаемых стандартных образцов (около 100 тысяч баллонов с газовыми смесями в год) имеет важное значение.

Для обеспечения качества стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением, серийно выпускаемых предприятиями-производителями стандартных образцов, предлагаем следующий комплекс действий:

- прохождение обязательной аккредитации предприятиями-производителями стандартных образцов на соответствие требованиям ГОСТ ISO Guide 34–2014 и ГОСТ ISO Guide 35–2015;*
- постоянное участие предприятий-производителей стандартных образцов в программах проверки квалификации посредством межлабораторных сравнительных испытаний;*

Ссылка при цитировании:

Конопелько Л. А., Колобова А. В., Фатина О. В. Проблема повышения качества серийно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 3. С. 5–13. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-5-13

For citation:

Konopelko L. A., Kolobova A. V., Fatina O. V. The problem of improving the quality of seriously issued certified reference materials of the composition of gas mixtures. Reference materials. 2019; 15(3): 5–13. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-5-13 (In Russ.).

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

- актуализация и доработка существующего комплекса стандартов, определяющих требования ко всему жизненному циклу стандартного образца состава газовой смеси в баллоне под давлением;
- совершенствование метода аттестации стандартного образца путем расчета значения расширенной неопределенности стандартного образца и введения нового коэффициента «технологического запаса».

Ключевые слова: метрология, стандартный образец, газовая смесь, государственный первичный эталон, вторичный эталон, рабочий эталон, прослеживаемость, контроль качества

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-3-5-13

THE PROBLEM OF IMPROVING THE QUALITY OF SERIOUSLY ISSUED CERTIFIED REFERENCE MATERIALS OF THE COMPOSITION OF GAS MIXTURES

© Leonid A. Konopelko, Anna V. Kolobova, Olga V. Fatina

D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM),
St. Petersburg, Russian Federation
E-mail: fhi@b10.vniim.ru

Received – 29 April, 2019. Revised – 31 May, 2019.

Accepted for publication – 3 June, 2019.

Currently, in the Russian Federation, the metrological traceability of certified reference materials of the composition of gas mixtures in cylinders under pressure produced by manufacturers of certified reference materials is carried out in accordance with GOST 8.578-2014. Considering that certified reference materials of the composition of gas mixtures in cylinders under pressure are used for testing to approve the type of measuring instruments, verification, calibration, and graduation of gas-analytical measuring instruments used to control explosive gases and vapors, harmful components in the atmospheric air and the air of the working area, emissions from vehicles and enterprises, to control technological processes, the quality of hydrocarbon products, etc., the issue of ensuring the quality of seriously produced certified reference materials (about 100.000 cylinders with gas mixtures per year) is important. To ensure the quality of certified reference materials of gas mixtures in cylinders under pressure, mass-produced by manufacturers of certified reference materials, we offer the following actions:

- *manufacturers of certified reference materials' passing of mandatory accreditation for compliance with the requirements of GOST ISO Guide 34–2014 and GOST ISO Guide 35–2015;*
- *manufacturers of certified reference materials' constant participation in the proficiency testing programs through interlaboratory tests;*
- *actualizing and refining the existing set of standards defining the requirements for the entire life cycle of a certified reference material of a gas mixture in a cylinder under pressure;*
- *improving the method of certification of a reference material by calculating the value of the expanded uncertainty of the reference material and the introducing a new coefficient «technological reserve».*

Keywords: metrology, certified reference material, gas mixture, State primary measurement standard, secondary measurement standard, working measurement standard, traceability, quality control

В соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых средах [1] стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением являются рабочими эталонами и фактически согласно [2, 3] выполняют роль мер для средств измерений содержания компонентов в газовых средах, с помощью которых проводятся испытания в целях утверждения типа средств измерений, поверка,

калибровка и градуировка газоаналитических средств измерений. Широкое применение стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением при производстве и контроле средств измерений подтверждается ежегодным выпуском в Российской Федерации около 100 тысяч баллонов с газовыми смесями.

В настоящее время в России метрологическая прослеживаемость стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением, выпускаемых предприятиями-производителями стандартных образцов, в соответствии с [1] реализуется по схеме, приведенной на рис. 1. Воспроизведение, хранение и передача единицы молярной доли компонентов в газовых средах осуществляется с помощью Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154–2016¹ (далее – ГПЭ ГЭТ 154), функционирующего во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Выпускаемые с помощью эта-

лонной аппаратуры ГПЭ ГЭТ 154 стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением, выполняющие функцию эталонов сравнения согласно [1], имеют наивысшую точность в стране и применяются для передачи единицы молярной доли компонентов вторичным эталонам и рабочим эталонам, которые функционируют на предприятиях, выпускающих стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением (далее – стандартные образцы) для потребителей.

В соответствии с нормативными правовыми актами Российской Федерации [4–7] средства измерений, применяемые в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, к которым также относятся меры какой-либо физической величины [2, 3], проходят:

- испытания в целях утверждения типа средств измерений и регистрацию типа в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений;
- первичную поверку и периодическую поверку в процессе эксплуатации аккредитованными юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями согласно [8].

На стандартные образцы, которые фактически выполняют роль мер для средств измерений, данные



Рис. 1. Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением в соответствии с [1]

Fig. 1. Metrological traceability of certified reference gas mixtures in cylinders under pressure in accordance with [1]

требования распространяются частично. В настоящее время все стандартные образцы проходят только процедуру испытаний в целях утверждения типа стандартных образцов и регистрацию типа в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений [4–7]. При выпуске из производства и далее при их применении никаких обязательных процедур аналогичных процедурам поверки мер для стандартных образцов не существует.

С учетом того, что стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением широко применяются для испытаний в целях утверждения типа, калибровки и поверки газоаналитических средств измерений, используемых для контроля взрывопожароопасных газов и паров, вредных компонентов в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны, выбросов транспортных средств и предприятий, контроля технологических процессов, качества углеводородной продукции и т. д., вопрос обеспечения качества серийно выпускаемых стандартных образцов имеет важное значение.

Опыт выпуска стандартных образцов показывает, что наличие метрологической прослеживаемости [1] является недостаточным условием обеспечения качества серийно выпускаемых стандартных образцов. Объясняется это сложным многоэтапным процессом [9] изготовления стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением. Процедура передачи единицы молярной доли компонентов в газовых смесях от ГПЭ ГЭТ 154 осуществляется путем ежегодной поверки газосмесительной и аналитической аппаратуры, входящей в состав вторичных и рабочих эталонов [1], с помощью которых аттестуются стандартные образцы. В то же время данная процедура не охватывает все стадии сложного процесса изготовления стандартных образцов, который внедрен на предприятии-производителе стандартных образцов, и поэтому не может гарантировать качество [9] всех серийно выпускаемых экземпляров стандартных образцов в любой момент их использования в рамках установленных сроков годности.

Критерием соответствия требуемому уровню качества стандартных образцов является соответствие выпускаемых стандартных образцов установленным характеристикам в описании типа стандартного образца [4–7].

В общем случае значение суммарной стандартной неопределенности [10] стандартного образца (u_{co}) за все время допускаемого срока использования стандартного образца ($t_{доп.}$) является функцией многих переменных:

$$u_{co} = f(u_{att.}, u_{доп.}), \quad (1)$$

$$u_{att.} = f(u_{BЭ, PЭ, ЭС}, u_{изм.}), \quad (2)$$

$$u_{доп.} = f(u_{фс}, u_{хс}, u_{хвз}, u_p, u_{пп}), \quad (3)$$

где $u_{att.}$ – стандартная неопределенность аттестованного значения молярной доли определяемого компонента в стандартном образце; $u_{BЭ, PЭ, ЭС}$ – стандартная неопределенность передачи единицы молярной доли компонентов в газовых смесях от ГПЭ ГЭТ 154 с помощью эталонов сравнения (ЭС) вторичному эталону (BЭ) или рабочему эталону (PЭ), на котором аттестуется стандартный образец; $u_{изм.}$ – стандартная неопределенность результатов измерений, полученных при аттестации стандартного образца; $u_{доп.}$ – стандартная неопределенность, обусловленная различными физическими и химическими процессами, происходящими за все время использования стандартного образца; $u_{фс}$ – стандартная неопределенность, обусловленная процессом физической сорбции газов при заполнении баллона; $u_{хс}$ – стандартная неопределенность, обусловленная процессом химической сорбции газов при хранении газовой смеси в баллоне; $u_{хвз}$ – стандартная неопределенность, обусловленная взаимным влиянием газовых компонентов, в т. ч. примесных компонентов с определяемым компонентом в газовой смеси; u_p – стандартная неопределенность, обусловленная изменением состояния газовой смеси при изменении давления газовой смеси в баллоне в процессе расходования стандартного образца; $u_{пп}$ – стандартная неопределенность, обусловленная наличием примесей, которые являются мешающими компонентами для поверяемого (калибруемого) газоанализатора.

Для соблюдения главного условия возможности использования какого-либо стандартного образца необходимо выполнение условия

$$U_{ti(при\ ti \leq t_{доп.})} \leq U_{уст.}, \quad (4)$$

где $U_{ti(при\ ti \leq t_{доп.})}$ – значение расширенной неопределенности ($k=2$) определяемого компонента в стандартном образце в любой момент использования в рамках установленного срока годности; $U_{уст.}$ – значение расширенной неопределенности ($k=2$) определяемого компонента в стандартном образце, установленное при испытаниях в целях утверждения типа и указанное в описании типа стандартного образца.

Кроме того, необходимо выполнение условия сопоставимости различных экземпляров стандартных образцов, представляющих собой газовые смеси одного вида, одного состава и одного номинального зна-

чения определяемых компонентов, выпускаемые разными предприятиями-производителями стандартных образцов

$$|X_{CO1} - X_{CO2}| \leq k \cdot \sqrt{u_{A(CO1)}^2 + u_{A(CO2)}^2}, \quad (5)$$

где X_{COi} – измеренное значение молярной доли определяемого компонента в i -м стандартном образце, представленном на контроль i -м предприятием-производителем стандартных образцов, $i = 1$ или 2 ; $u_{A(CO_i)}$ – стандартная неопределенность по типу А, полученная при аттестации i -го стандартного образца на вторичном или рабочем эталоне i -го предприятия-производителя стандартного образца, $i = 1$ или 2 ; k – коэффициент охвата, $k = 2$.

Контроль сопоставимости стандартных образцов проводится на высокоточной газоаналитической аппаратуре ГПЭ ГЭТ 154 (значение неопределенности пренебрежимо мало).

В стандартах ИСО ТК 158 «Анализ газов», ТК 193 «Природный газ» для оценки неопределенности $u_{\text{доп.}}$ (формула (3)) используются следующие методы:

- верификация гравиметрических газовых смесей;
- оценка качества внутренней поверхности баллона;
- проведение и анализ результатов аттестации стандартных образцов в два-три этапа через значительные промежутки времени;
- контроль состава газовой смеси при снижении давления в баллоне и т. п.

Необходимо отметить, что применение всех этих методов для оценки неопределенности $u_{\text{доп.}}$ требует тщательной работы и больших временных затрат. До настоящего времени серийный выпуск стандартных образцов был максимально облегчен с точки зрения минимизации трудоемкости при выпуске стандартных образцов. При этом предполагалось, что учет накопленного опыта в технологии изготовления стандартных образцов обеспечит нужный уровень качества газовой смеси, а именно соответствия выпускаемых стандартных образцов требуемым характеристикам. Поэтому и сам процесс аттестации стандартных образцов был построен как на использовании стандартной газосмесительной и аналитической аппаратуры, входящей в состав вторичных и рабочих эталонов, так и на применении стандартных алгоритмов аттестации. Аттестованному значению молярной доли определяемого компонента в газовой смеси приписывалось значение расширенной неопределенности ($k = 2$), установленное при испытаниях в целях утверждения типа и указанное в описании типа стандартного образца.

Анализ путей повышения качества, а также возможности перехода всей отрасли на выпуск стандартных образцов более высокой точности показывает необходимость выполнения следующего комплекса действий.

1. Прохождение обязательной аккредитации всеми предприятиями-производителями стандартных образцов на соответствие требованиям стандартов ГОСТ ISO Guide 34–2014 [11] и ГОСТ ISO Guide 35–2015 [12]. Подготовка и проведение обязательной аккредитации, в последующем – обязательной проверки компетенции – потребует от всех предприятий, выпускающих стандартные образцы, внедрить у себя систему менеджмента качества.

2. Постоянное участие предприятий-производителей стандартных образцов в программах проверки квалификации посредством межлабораторных сравнительных испытаний, в том числе с участием зарубежных предприятий СНГ, а также Европы [13].

3. Актуализация и доработка существующего комплекса стандартов, определяющих требования ко всему жизненному циклу стандартного образца (разработка, испытания в целях утверждения типа, производство, логистическое обеспечение, контроль выпуска и использование стандартного образца) с учетом обязательной оценки неопределенности при проведении аттестации стандартного образца, а также внедрение при разработке нового комплекса стандартов требований стандартов ИСО ТК 158, ТК 193.

4. Внедрение в практику новых требований с учетом актуализированного комплекса стандартов:

- применение баллонов, в том числе специализированных, для различных видов газовых смесей – стандартных образцов;
- применение чистых газов;
- применение газосмесительной и аналитической аппаратуры, входящей в состав вторичных и рабочих эталонов предприятий-производителей стандартных образцов.

5. Обеспечение централизованного выпуска баллонов, в том числе и специализированных, а также чистых газов и веществ.

6. Закрепление (в качестве обязательного требования) использования для одних и тех же видов газовых смесей только именованных баллонов, в частности, и на возвратной основе.

7. Внедрение нового метода аттестации стандартного образца: замена существующего метода приписывания значения расширенной неопределенности аттестованного значения определяемого компонента в газовой смеси, установленного при испытании в целях

утверждения типа стандартного образца [4–7], на метод расчета значения расширенной неопределенности аттестации стандартного образца с использованием коэффициента «технологического запаса».

Рассмотрим предлагаемый новый способ аттестации, основанный на международном подходе и введении нового коэффициента—«технологический запас».

Международный подход к выпуску стандартных образцов имеет принципиальные отличия. В соответствии с ГОСТ ISO Guide 34–2014 [11] и ГОСТ ISO Guide 35–2015 [12], при выпуске стандартных образцов единичными экземплярами каждый выпускаемый стандартный образец проходит процедуру аттестации, включая оценку стандартного отклонения, стабильности и неоднородности. По результатам измерений составляется бюджет неопределенности, который в общем случае включает в себя неопределенность характеристики и неопределенности, обусловленные нестабильностью и неоднородностью стандартного образца. Для примера, в табл. 1 приведены составляющие неопределенности для случая аттестации газовых смесей на газоаналитической аппаратуре рабочего эталона. По результатам аттестации для каждого стандартного образца определяется аттестованное значение молярной доли определяемых компонентов в газовой смеси и рассчитывается значение расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$.

Следует отметить, что указанная в табл. 1 неопределенность характеристики u_1 соответствует неопределенности аттестации $u_{\text{атт}}$, представленной в формуле (2), в то же время неопределенности u_2 , u_3 , u_4

из табл. 1, обусловленные нестабильностью и неоднородностью, только частично учитывают источники неопределенности, представленные для оценки неопределенности $u_{\text{доп.}}$ в формуле (3).

Для достоверного учета всех источников неопределенности $u_{\text{доп.}}$ и источников неопределенности, вызванных «человеческим фактором», необходимо ввести коэффициент «технологического запаса», обусловленный рядом неучтенных факторов, которые могут возникнуть на многоступенчатом технологическом процессе изготовления стандартного образца.

$$K = f(A_1, A_2, A_3, A_4, \dots B_1, B_2, B_3, B_4), \quad (6)$$

где A_i – неучтенные факторы, которые могут возникнуть на каждой ступени многоступенчатого технологического процесса изготовления стандартного образца (подготовка и выбор баллона, чистых газов, заполнение баллона и т. д.); B_i – «человеческий фактор» (компетенция сотрудников, соблюдение всех документированных процедур и т. д.).

Таким образом, предлагается проводить аттестацию стандартных образцов в соответствии с нижеследующим:

– набор статистических данных при проведении измерений, выполняемых при аттестации стандартного образца, должен быть достаточным для оценки всех составляющих неопределенности;

– при аттестации каждого экземпляра стандартного образца рассчитывается значение расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$;

– результат аттестации признается положительным, если рассчитанное значение расширенной неопреде-

Таблица 1. Бюджет неопределенности аттестации стандартных образцов состава газовых смесей на газоаналитической аппаратуре рабочего эталона в соответствии с ГОСТ ISO Guide 35–2015 [12]

Table 1. Uncertainty budget for the certification of reference gas mixtures using the gas analytical equipment of the working measurement standard in accordance with GOST ISO Guide 35–2015 [12]

№	Источники неопределенности	Этап определения
1	u_1 неопределенность характеристики, включающая составляющие:	в процессе аттестации стандартного образца
1.1	– неопределенность аттестованного значения эталона сравнения	указана в паспорте эталона сравнения
1.2	– неопределенность компарирования	в процессе аттестации стандартного образца
2	u_2 неопределенность, обусловленная кратковременной стабильностью	в процессе аттестации стандартного образца
3	u_3 неопределенность, обусловленная долговременной стабильностью	в процессе испытаний в целях утверждения типа стандартного образца
4	u_4 неопределенность, связанная с неоднородностью	в процессе испытаний в целях утверждения типа и аттестации стандартного образца

ленности с учетом коэффициента «технологического запаса» не превышает значение расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$, установленное при испытаниях в целях утверждения типа и указанное в описании типа стандартного образца [4–7].

Условие для проверки результата аттестации стандартного образца с применением коэффициента «технологического запаса»

$$\begin{aligned} U_{\text{расч.}} \cdot K &\leq U_{\text{уст.}} \\ U_{\text{расч.}} &= f(u_1, u_2, u_3, u_4), \end{aligned} \quad (7) \quad (8)$$

где $U_{\text{расч.}}$ – рассчитанное значение расширенной неопределенности ($k=2$), полученное при аттестации конкретного экземпляра стандартного образца; $U_{\text{уст.}}$ – значение расширенной неопределенности ($k=2$), установленное при испытаниях в целях утверждения типа и указанное в описании типа стандартного образца; K – коэффициент «технологического запаса», установленный для репрезентативных групп газовых смесей.

С учетом того, что вся номенклатура выпускаемых стандартных образцов в количестве 100 тысяч баллонов представляет из себя более 10 тысяч видов газовых смесей, которые характеризуются: различным компонентным составом смеси, различными количественными характеристиками содержания каждого компонента в смеси, допуском на приготовление каждого компонента, значениями расширенной неопределенности содержания каждого компонента в смеси, применение одного коэффициента, характеризующего «технологический запас», по всем видам смесей не возможно.

Поэтому целесообразно выделить из всей совокупности видов газовых смесей несколько десятков репрезентативных групп, сформированных на основе следующих принципов:

– применение однотипных баллонов, вентиля и другой газовой арматуры;

– применение однотипных методов подготовки баллонов для газовых смесей на основе химически активных газов, инертных, постоянных газов, микроконцентраций определяемых компонентов и т. д.

– применение однотипных универсальных средств приготовления;

– применение однотипной газосмесительной и аналитической аппаратуры, входящей в состав вторичных и рабочих эталонов.

Для каждой репрезентативной группы газовых смесей необходимо будет установить свой коэффициент, характеризующий «технологический запас», который будет применяться в методиках измерений на предприятиях-производителях стандартных образцов состава газовых смесей, а также учитываться при контроле качества стандартных образцов на ГПЭ ГЭТ 154.

Такой подход по объединению ряда газов в репрезентативные группы также обсуждается на уровне Консультативного комитета по количеству вещества Международного Бюро Мер и Весов в рабочей группе по газовому анализу, где ряд газов и изготавливаемых на основе них газовых смесей выделены в одну так называемую «гибкую» группу (flexible gases). Результаты постоянного участия в международных ключевых сличениях по одному газу из «flexible» группы можно распространять на другие газы из этой группы и подтверждать калибровочные и измерительные возможности по всем газам из «flexible» группы.

Таким образом, только комплексный подход к обеспечению качества серийно выпускаемых стандартных образцов, включающий усовершенствование процедуры аттестации выпускаемых стандартных образцов газовых смесей на каждом предприятии, усовершенствование процедуры контроля предприятий со стороны уполномоченных организаций, введение на предприятиях системы менеджмента качества, соответствующей требованиям ГОСТ ISO Guide 34–2014 [11], приведет к повышению компетентности производителей стандартных образцов состава газовых смесей и соответствию применяемых в России стандартных образцов высоким современным требованиям.

Вклад соавторов

Все авторы внесли эквивалентный вклад в подготовку статьи к публикации.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 8.578–2014 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах. М.: Стандартинформ, 2014. 21 с.

REFERENCES

1. GOST 8.578–2014 State system for ensuring the traceability of measurements. State hierarchy scheme for measuring instruments of the content of components in gaseous mediums. Standartinform, Moscow, 2014. (In Russ.).

2. РМГ 29–2013 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения. М.: Стандартиформ, 2014. 60 с.
3. 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. 81 с.
4. Об аккредитации в национальной системе аккредитации: федер. закон Рос. Федерации от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 23 дек. 2013 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 25 дек. 2013 г. // Рос. газета. 2013. 31 дек.
5. Об утверждении Административного регламента по предоставлению Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии государственной услуги по утверждению типа стандартных образцов или типа средств измерений: приказ Министерства промышленности и торговли РФ от 25 июня 2013 г. № 970
6. Об утверждении Порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, Порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, Порядка выдачи свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, установления и изменения срока действия указанных свидетельств и интервала между поверками средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения: приказ Министерства промышленности и торговли РФ от 30 ноября 2009 г. № 1081
7. Об утверждении формы свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений: приказ Министерства промышленности и торговли РФ от 3 февраля 2015 г. № 164
8. Об аккредитации в национальной системе аккредитации: федер. закон Рос. Федерации от 28 декабря 2013 г. № 412-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 23 дек. 2013 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 25 дек. 2013 г. // Рос. газета. 2013. 31 дек.
9. Колобова А. В. Исследование и разработка методов метрологического контроля промышленно выпускаемых стандартных образцов состава газовых смесей: дис. канд. техн. наук. СПб.: ВНИИМ им. Д. И. Менделеева, 2008. 120 с.
10. ГОСТ 34100.3–2017 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. М.: Стандартиформ, 2018. 114 с.
11. ГОСТ ISO Guide 34–2014 Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов. М.: Стандартиформ, 2015. 40 с.
2. RMG 29–2013 State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrology. Basic terms and definitions. Standartinform, Moscow, 2014. (In Russ.).
3. VNIIM, BelGIM (eds) (2010) International Dictionary of Metrology: basic and general concepts and related terms. NGO «Professional» Publ., St. Petersburg, 2010, 81 p. (In Russ.).
4. Federal law «On ensuring the uniformity of measurements» No FZ-102 of 26.06.2008. http://fundmetrology.ru/depository/01_npa/102-fz_2015.pdf. (In Russ.).
5. Decree of the Ministry of Industry and Trade of the Russian Federation No 970 of 25.06.2013 «On approval of the Administrative Regulations on the Federal Agency for Technical Regulation and Metrology providing state services for the type approval of reference materials or measuring instruments», Moscow. http://www.fundmetrology.ru/depository/01_npa/pm1081_30112009.pdf. (In Russ.).
6. Decree of the Ministry of Industry and Trade of the Russian Federation No 1081 of 30.11.2009 «On approval of the procedure for testing reference materials or measuring instruments for the purposes of type approval; the procedure for type approval of reference materials or measuring instruments; the procedure for issuing certificates of reference material or measuring instrument type approval, establishing and changing the validity periods of the above-mentioned certificates and the interval between verifications of measuring instruments, requirements for type approval marks of reference materials or measuring instruments and marking procedure», Moscow. <https://rg.ru/2018/11/09/minpromtorg-prikaz3249-site-dok.html>. (In Russ.).
7. Decree of the Ministry of Industry and Trade of the Russian Federation No 164 of 03.02.2015 «On approval of the form of type-approval certificates of reference materials or measuring instruments», Moscow. <http://base.garant.ru/70981308>. (In Russ.).
8. Federal law «On accreditation in national accreditation system» No. 412-FZ of 28.12.2013, Moscow. <https://http://rg.ru/2013/12/31/akkreditacia-dok.html>. (In Russ.).
9. Kolobova A. V. Research and development of methods for metrological control of industrially produced reference materials for the composition of gas mixtures. Dissertation, D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), St. Petersburg, 2008. (In Russ.).
10. GOST ISO Guide 34100.3–2017 Uncertainty of measurement. Part 3. Guide to the expression of uncertainty in measurement. Standartinform, Moscow, 2017. (In Russ.).
11. GOST ISO Guide 34–2014 General requirements for the competence of reference material producers. Standartinform, Moscow, 2015. (In Russ.).

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

13. ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации. М.: Стандартиформ, 2014. 39 с.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Конопелько Леонид Алексеевич – доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Российская Федерация, г. Санкт-Петербург,
Московский пр., д. 19
e-mail: fhi@b10.vniim.ru

Колобова Анна Викторовна – канд. тех. наук, заместитель руководителя научно-исследовательского отдела государственных эталонов в области физико-химических измерений ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева».

Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
e-mail: akol@b10.vniim.ru

Фатина Ольга Владимировна – ведущий инженер ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
e-mail: fatina@b10.vniim.ru

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

13. GOST ISO/IEC 17043–2013 Conformity assessment. General requirements for proficiency testing. Standartinform, Moscow, 2014. (In Russ.).

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Leonid A. Konopelko – D. Sc. (Engineering), Professor, Principal Researcher D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: fhi@b10.vniim.ru

Anna V. Kolobova – Ph. D. (Engineering), Deputy Head of the Research Department of State Standards in the field of Physical and Chemical Measurements D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: akol@b10.vniim.ru

Olga V. Fatina – Lead Engineer D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM).

19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russian Federation
e-mail: fatina@b10.vniim.ru

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

DOI: 10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22

УДК 006.9:53.089.68: 543.24

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗРАБОТКИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ В ОБЛАСТИ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И КАЛОРИМЕТРИИ В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

© А. М. Непомилуев, В. В. Казанцев, А. П. Шипицын

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

Поступила в редакцию – 10 мая 2019 г., после доработки – 31 мая 2019 г.

Принята к публикации – 3 июня 2019 г.

Цель данной работы – проведение анализа состояния и перспектив развития метрологического обеспечения и стандартизации в области термического анализа в России. Описаны основные характеристики стандартных образцов, применяемых для испытаний, градуировки, калибровки и поверки приборов термического анализа.

Ключевые слова: стандартные образцы, термический анализ, удельная энтальпия, удельная теплоемкость, теплота фазовых переходов

Ссылка при цитировании:

Непомилуев А. М., Казанцев В. В., Шипицын А. П. Перспективы разработки стандартных образцов термодинамических свойств для метрологического обеспечения измерений в области термического анализа и калориметрии в Российской Федерации // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 3. С. 15–22. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22.

For citation:

Nepomiluev A. M., Kazantsev V. V., Shipitsyn A. P. Development of reference materials for thermodynamic properties: metrological support of measurements in the field of thermal analysis and calorimetry in Russia. Reference materials. 2019; 15(3): 15–22. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22 (In Russ.).

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

DEVELOPMENT OF REFERENCE MATERIALS FOR THERMODYNAMIC PROPERTIES: METROLOGICAL SUPPORT OF MEASUREMENTS IN THE FIELD OF THERMAL ANALYSIS AND CALORIMETRY IN RUSSIA

Andrey M. Nepomiluev, Vyacheslav V. Kazantsev, Artyom P. Shipitsyn

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

Received – 10 May, 2019. Revised – 31 May, 2019.
Accepted for publication – 3 June, 2019.

This paper is aimed at analysing the current state and prospects of metrological support and standardisation in the field of thermal analysis in Russia. Main characteristics of reference materials used for testing, graduating, calibrating, and verifying thermal analysis instruments are described.

Keywords: reference materials, thermal analysis, specific enthalpy, specific heat, phase transition heat

Используемые в статье сокращения

ТА – термический анализ;
ГСО – стандартные образцы утвержденных типов
ДИЛ – дилатометрия
ДМА – динамический механический анализ
ДСК – дифференциальная сканирующая калориметрия
ДТА – дифференциальный термический анализ
ДЭА – диэлектрический анализ
СО – стандартные образцы
ТГА – термогравиметрический анализ
ТМА – термомеханический анализ

Abbreviations used in the article

TA – thermal analysis
SRM – standard reference materials
DIL – dilatometry
DMA – dynamic mechanical analysis
DSC – differential scanning calorimetry
DTA – differential thermal analysis
DEA – dielectric analysis
RM – reference materials
TGA – thermogravimetric analysis
TMA – thermomechanical analysis

Введение

Термический анализ (ТА) относится к числу наиболее динамично развивающихся методов исследования структуры и свойств веществ. Это касается, с одной стороны, быстрого расширения областей применения ТА в науке и промышленности. Методы ТА активно используются во всех областях химии, особенно широкое распространение они получили в химии полимеров. С другой стороны, непрерывно возрастают требования к термоаналитическому оборудованию с точки зрения увеличения его чувствительности, точности, разрешающей способности, снижения времени измерения с целью достижения высоких метрологических характеристик. В свою очередь, достижение требуемых метрологических характеристик аналитического оборудова-

ния невозможно без обеспечения его аттестованными стандартными образцами.

Обзор литературы

В настоящее время под ТА понимается целая группа методов, в которых физическое свойство вещества измеряется как функция температуры или времени, в то время как вещество подвергается воздействию программы с контролируемой температурой [1]. Температурная программа может включать нагревание, охлаждение с постоянной скоростью, выдержку при постоянной температуре (изотерма) и комбинацию этих режимов или режим модуляции температуры с заданием амплитуды и частоты. Классификация основных методов термического анализа [1] приведена в табл. 1.

Такие методы термического анализа, как дифференциальный термический анализ (ДТА) и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) в настоящее время являются одними из наиболее совершенных и высокочувствительных методов фазового анализа гетерогенных систем. Они позволяют определять не только темпера-

туру и энтальпию фазовых превращений, теплоёмкость и её зависимость от термодинамических параметров, но и кинетические характеристики физико-химических процессов в условиях линейного изменения температуры.

Следствием такого обширного перечня экспериментальных методов, объединяемых под термином

Таблица 1. Классификация основных методов ТА
Table 1. Classification of main TA methods

Название метода	Определение метода	Назначение метода
ДТА	Измеряется зависимость от температуры разности температур между веществом и эталонным материалом, которые подвергаются воздействию температурой программы	Исследование термических эффектов физических и химических процессов: температуры и энтальпии фазовых переходов и химических реакций; определение удельной теплоёмкости; исследование термостойкости. Количественный и качественный анализ фазового состава вещества
ДСК	Измеряется зависимость от температуры разности тепловых потоков в веществе и эталонном материале, подвергаемым воздействию температурой программы	
ТГА	Масса вещества измеряется как функция температуры или времени, в то время как вещество подвергается воздействию контролируемой температуры в заданной атмосфере	Изменения массы, происходящие в результате сорбции / десорбции вещества с поверхности или из объёма образца; из-за выделения газов в процессе пиролиза; окислительно-восстановительных реакций, происходящих при взаимодействии образца с атмосферой. Определение влажности, термической стабильности и химического состава вещества
ТМА	Деформация вещества под неосцилирующей нагрузкой измеряется как функция температуры или времени, в то время как вещество подвергается воздействию температурой программы в определенной атмосфере	Исследование фазовых переходов 2-го рода. Изучение вязкоупругих свойств веществ и материалов, характеристик жесткости и демпфирования; изменения размеров под статической и динамической (осциллирующей и неосциллирующей) нагрузкой. Исследование переходов стеклования в органических и неорганических системах
ДМА	Модуль упругости и модуль потерь вещества под колебательной нагрузкой измеряются как функция температуры, времени или частота колебаний, в то время как вещество подвергается воздействию температурой программы в заданной атмосфере	
ДИЛ	Размер образца, находящегося под незначительной нагрузкой, измеряется как функция температуры, в то время как образец подвергается воздействию температурой программы в заданной атмосфере	Измерение изменений размеров твердых, жидких, пастообразных веществ и порошков при программируемом изменении температуры при незначительной нагрузке на образец. Определение коэффициентов термического (линейного и объемного) расширения
ДЭА	Диэлектрическая постоянная (диэлектрическая проницаемость или емкость) и диэлектрические потери (проводимость) вещества, находящегося в осциллирующем электрическом поле, измеряются как функция температуры или времени, в то время как образец подвергается воздействию температурой программы в заданной атмосфере	Определение диэлектрической постоянной, фактора потерь, проводимости, сопротивление (ионной вязкости); коэффициент отверждения (степени сшивания) полимеров

«Термический анализ», является большая номенклатура средств измерений внесённых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений ведущими фирмами- производителями термоаналитического оборудования, такими как «Netzsch-Geratebau GmbH» (Германия), «TA Instruments» и «PerkinElmer, Inc» (США), «Setaram Instrumentation» (Франция) и «Mettler-Toledo AG» (Швейцария). По состоянию на 2018 г., количество средств измерений в области ТА составило около 130 моделей (табл. 2). Несомненным лидером среди них является «Netzsch-Geratebau GmbH» (Германия), на долю которой приходится 34 % (44 модели) от числа внесённых в Госреестр СИ, компания занимает примерно 70 % рынка термоаналитического оборудования в России.

Из 129 моделей средств измерений утверждённого типа одних только ДСК насчитывается около 40 типов, которые перекрывают достаточно широкий диапазон температур: от минус 180 до 1650 °С. В последнее время на рынке появился ряд высокотемпературных приборов, верхняя граница рабочего диапазона которых составляет 2000 °С (DSC 404 F1/F3 Pegasus, STA 449 F1 Jupiter, Netzsch, Германия), 2400 °С (STA 449 F3 Jupiter, «Netzsch», Германия; SETSYS Evolution TGA-DTA/DSC, «Setaram Instrumentation», Франция) и даже 2800 °С (DIL 402 Expedit HT, «Netzsch», Германия).

Стандартные образцы (СО) теплофизических свойств являются традиционным средством обеспечения единства измерений в различных видах ТА. Так как одними из основных параметров, измеряемых при ТА различных веществ являются температура, энтальпия (теплота) фазовых превращений и удельная теплоёмкость, калибровку и поверку средств измерений по температуре и энтальпии осуществляют с помощью СО температуры и теплоты плавления. При этом необходимо иметь СО различных типов на основе материалов, отличающихся температурой и энтальпией фа-

зовых превращений. Ведущие фирмы, производящие СИ для ТА, предлагают своим пользователям широкий спектр средств для калибровки и градуировки измерительных ячеек, изготовленных из различных материалов. Например, перечень калибровочных образцов мирового лидера в производстве термоаналитического оборудования «Netzsch Geratebau GmbH» (Германия) составляет 24 наименования и охватывает практически весь интервал температуры и удельной энтальпии. В него входят как металлы, так и неметаллы – по 12 наименований каждого типа (табл. 3). Однако не все приведённые в табл. 3 вещества аттестованы в качестве стандартных образцов утвержденных типов (ГСО), или standard reference materials – SRM.

Во ФГУП «УНИИМ», который является компетентным изготовителем стандартных образцов теплофизических свойств (СОТС), разработано 9 типов СО теплофизических свойств (СОТС) на основе корунда, хлористого калия, нержавеющей стали, галлия, индия, олова, цинка, сурьмы и молибдена (табл. 4), которыми оснащены метрологические службы более 300 предприятий, научно-исследовательских организаций и учебных заведений.

Разработка и аттестация стандартных образцов выполнялась в соответствии Государственной поверочной схемой для средств измерений удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К [2], с использованием Государственного первичного специального эталона единиц удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К ГЭТ 67–2013¹ [3].

¹ ГЭТ 67–2013 Государственный первичный специальный эталон единиц удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/12/items/397945>

Таблица 2. Основные производители термоаналитического оборудования

Table 2. Main manufacturers of thermo-analytical equipment

Фирма-производитель	Количество средств измерений утверждённых типов по состоянию на 2018 г.
«Netzsch-Geratebau GmbH» (Германия)	44
«TA Instruments» (США)	29
«PerkinElmer, Inc» (США)	16
«Setaram Instrumentation» (Франция)	19
«Mettler-Toledo AG» (Швейцария)	21
Итого: 129	

Таблица 3. Перечень стандартных образцов, поставляемых «Netzsch» для калибровки (градуировки) приборов термического анализа

Table 3. List of RMs supplied by Netzsch for calibrating (graduating) TA instruments

Вещество	Температура плавления (фазового перехода)		Энтальпия (теплота) фазового перехода, Дж/г	Примечание
	°C	K		
C ₆ H ₁₂	-87,0	186,0	-79,4	
C ₁₀ H ₁₆	-64,7	208,3	-22,3	
Hg	-38,8	234,2	-11,4	
H ₂ O	0,0	273,0	-333,4	
Ga	29,8	302,8	-80,0	
C ₁₂ H ₁₀	69,2	342,2	-120,5	
C ₆ H ₅ COOH	122,4	395,4	-147,4	
KNO ₃	128,7	401,7	-50,0	только для металлических тиглей
In	156,6	429,6	-28,6	
RbNO ₃	164,2	437,2	-26,6	только для металлических тиглей
Sn	231,9	504,9	-60,5	только для керамических тиглей
Bi	271,4	544,4	-53,1	только для керамических тиглей
KClO ₄	300,8	573,8	-104,9	только для металлических тиглей
Pb	327,5	600,5	-23,0	только для керамических тиглей
Zn	419,5	692,5	-107,5	только для керамических тиглей
Ag ₂ SO ₄	426,4	699,4	-51,0	только для металлических тиглей
CsCl	476,0	749,0	-17,2	только для металлических тиглей
Al	660,3	933,3	-397,0	только для керамических тиглей
K ₂ CrO ₄	668,0	941,0	-37,0	только для металлических тиглей
BaCO ₃	808,0	1081,0	-94,9	только для металлических тиглей
Ag	961,8	1234,8	-104,6	только для керамических тиглей
Au	1064,2	1337,2	-63,7	только для керамических тиглей
Ni	1455,0	1728,0	-290,4	только для керамических тиглей
Pd	1554,8	1827,8	-157,3	только для керамических тиглей

Таблица 4. Перечень ГСО теплофизических свойств

Table 4. List of GSO for thermophysical properties

Номер в Госреестре СО, материал СО	Аттестуемая характеристика	Диапазон аттестованной характеристики	Погрешность (±)
ГСО 149–86П, корунд	удельная энтальпия, удельная теплоемкость	-96,2...2477,3 кДж/кг 0,09...1,4 кДж/(кг·К)	(0,1–0,3)% (0,1–1,5)%
ГСО 886–76, нержавеющая сталь	удельная энтальпия, удельная теплоемкость	51,6...629,4 кДж/кг 0,49...0,65 кДж/(кг·К)	1 % 1,5 %
ГСО 10898–2017, молибден	удельная энтальпия, удельная теплоемкость	107,6...456,4 кДж/кг 0,28...0,36 кДж/(кг·К)	(0,1–0,3)% (0,3–0,8)%

Продолжение табл. 4
Table 4 continuation

Номер в Госреестре СО, материал СО	Аттестуемая характеристика	Диапазон аттестованной характеристики	Погрешность ($\pm$)
ГСО 1363–78, хлористый калий	удельная энтальпия, удельная теплоемкость, удельная теплота плавления, температура плавления	121,8...541,6 кДж/кг 0,73...0,84 кДж/(кг·К) 357,29 кДж/кг 1044,75 К	0,3 % 1 % 0,5 % 0,6 К
ГСО 2312–82, галлий	температура плавления	303,04 К	0,06 К
ГСО 2313–82, индий	температура плавления, удельная теплота плавления	429,85 К 28,58 кДж/кг	0,06 К 0,12 кДж/кг
ГСО 2314–82, олово	температура плавления, удельная теплота плавления	505,20 К 59,92 кДж/кг	0,12 К 0,25 кДж/кг
ГСО 2315–82, цинк	температура плавления	692,71 К	0,26 К
ГСО 2316–82, сурьма	температура кристаллизации	903,76 К	0,03 К

Из анализа данных, приведённых в табл. 3 и 4, следует, что перечень материалов, поставляемых фирмами-производителями термоаналитического оборудования для калибровки выпускаемых приборов, заметно шире перечня ГСО. Аналогичная ситуация наблюдается не только в России, но и в других странах. Например, перечень стандартных образцов теплофизических свойств, предлагаемых NIST (США), составляет тоже 9 наименований (табл. 5), при этом перечень материалов, рекомендованных [4] для калибровки термоаналитического оборудования по температуре плавления, составляет 20 наименований и включает такие материалы, как Pt ($T_{пл} = 1772$ °C) и Rh ($T_{пл} = 1963$ °C).

Дальнейшее развитие термических методов анализа материалов идёт в нескольких направлениях. Одной из основных тенденций в развитии методов ТА было и остаётся увеличение точности измерений теплоёмкости веществ, температур и энтальпий физико-химических превращений. Другой не менее важной задачей является увеличение быстродействия, чувствительности и, как следствие, разрешающей способности по температуре термоаналитического оборудования. При этом происходит постепенное расширение температурного интервала измерений. Всё вышесказанное приводит к выводу о необходимости расширения ассортимента ГСО (SRM), используемых для испытания, градуировки,

Таблица 5. Перечень стандартных образцов (SRM) теплофизических свойств NIST
Table 5. List of Reference Materials (SRMs) for thermophysical properties (NIST)

Номер	Название
SRM 720	сапфир синтетический
SRM 2232	индий
SRM 2220	олово
SRM 2234	галлий
SRM 781D 2	молибден
SRM 2235	висмут
SRM 2225	ртуть
SRM 705a	полистерен

калибровки и поверки термоаналитического оборудования. При этом стандартные образцы должны удовлетворять следующим основным требованиям:

- высокая степень чистоты (не менее 99,999 % основного вещества);
- точно установленные характеристики фазовых переходов;
- устойчивость на воздухе и к воздействию излучения;
- химическая стабильность в температурном диапазоне и атмосфере эксплуатации;
- низкое давление насыщенного пара при температуре фазового перехода;
- инертность по отношению к материалу тигля в температурном диапазоне и атмосфере эксплуатации;

- близкие к исследуемым образцам теплофизические (теплоемкость, теплопроводность) и физические (масса, геометрические размеры) характеристики.

Заключение

Активное развитие методов ТА и рост объемов производства термоаналитического оборудования требуют значительного расширения ассортимента стандартных образцов теплофизических свойств на основе рекомендаций изложенных в [5–7].

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. ASTM E473–16 Standard Terminology Relating to Thermal Analysis and Rheology.
2. ГОСТ Р 8.872–214 Государственная поверочная схема для средств измерений удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К.
3. Государственный первичный специальный эталон единиц удельной энтальпии и удельной теплоёмкости твёрдых тел в диапазоне температур от 700 до 1800 К ГЭТ 67–2013 / В. В. Казанцев, В. И. Черепанов, В. Н. Сенникова, М. В. Аверкиев // Измерительная техника. 2015. № 2. С. 11–17.
4. ASTM E967–08 Standard Test Method for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers.
5. ISO 11357–1:2016 Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 1: General principles.
6. Reference materials for calorimetry and differential thermal analysis / R. Sabbah, An Xu-Wu, J. S. Chickos, M. L. Planas Leitão et. al. // Thermochimica Acta. 1999, vol. 331, pp. 93–204.
7. Standard, calibration and guidelines in microcalorimetry. Part 2. Calibration standards for differential scanning calorimetry (IUPAC Technical Report) / G. D. Gatta, M. J. Richardson, S. M. Sarge, S. Stolen // Pure. Appl. Chem. 2006, vol. 78, № 7, pp. 1455–1476.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Непомилуев Андрей Михайлович – старший научный сотрудник лаборатории метрологии термометрии и поверхностной плотности ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

REFERENCES

1. ASTM E473–16 Standard Terminology Relating to Thermal Analysis and Rheology.
2. GOST R 8.872–214 State verification schedule for means of measuring specific enthalpy and specific heat of solids in the range of temperature from 700 to 1800 K (In Russ.).
3. Kazantsev V. V., Cherepanov V. I., Sennikova V. N., Averkiev M. V. National primary special standard GET 67–2013 for the units of specific enthalpy and specific heat of solids at temperatures in the 700–1800 K range. Measurement techniques. 2015, No. 2, pp. 11–17. (In Russ.).
4. ASTM E967–08 Standard Test Method for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers.
5. ISO 11357–1: 2016 Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 1: General principles.
6. Sabbah R., An Xu-Wu, Chickos J. S., Planas Leitão M. L., Roux M. V., Torres L. A. Reference materials for calorimetry and differential thermal analysis. Thermochimica Acta. 1999, vol. 331, pp. 93–204.
7. Gatta G. D., Richardson M. J., Sarge S. M., Stolen S. Standard and calibration and guidelines in microcalorimetry. Part2. Calibration standards for differential scanning calorimetry (IUPAC Technical Report). Pure. Appl. Chem. 2006, vol. 78, № 7, pp. 1455–1476.

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Andrey M. Nepomiluev – Senior Researcher, Laboratory of Metrology, Thermometry and Surface Density of Ural Research Institute for Metrology (UNIIM). 4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation

Казанцев Вячеслав Васильевич – канд. хим. наук, заместитель директора по научной работе ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4
e-mail: kazantsev@uniim.ru

Шипицын Артем Павлович – инженер ФГУП «УНИИМ». Российская Федерация, 620075, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

Vyacheslav V. Kazantsev – Ph. D. (Chem.), Sciences, Deputy Director for Scientific Work of Ural Research Institute for Metrology (UNIIM). 4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation
e-mail: kazantsev@uniim.ru

Artyom P. Shipitsyn – Engineer, Laboratory of Metrology, Thermometry and Surface Density of Ural Research Institute for Metrology (UNIIM). 4 Krasnoarmeyskaia St., Ekaterinburg, 620075, the Russian Federation

РАЗРАБОТКА ГОСУДАРСТВЕННЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В ОБЛАСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ВОДНЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ АЛЮМИНИЯ, ИНДИЯ, МАГНИЯ, НИКЕЛЯ И ТИТАНА

© Я. И. Ермакова, А. В. Иванов, И. Н. Зябликова, А. Н. Шобина

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГУП «ВНИИОФИ»),
г. Москва, Российская Федерация
e-mail: vniiofi@vniiofi.ru

Поступила в редакцию – 01 июня 2019 г., после доработки – 20 июня 2019 г.
Принята к публикации – 20 июня 2019 г.

Авторами статьи приведена информация по разработке и утверждению типов государственных стандартных образцов состава водных растворов ионов алюминия, индия, магния, никеля и титана.

Стандартные образцы представляют собой водные растворы состава ионов алюминия, индия, магния, никеля и титана, упакованные в стеклянные ампулы вместимостью 5, 10, 25 см³ и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 и 250 см³. Аттестованное значение массовой концентрации металлов устанавливалось по методике приготовления.

Аттестованное значение массовой концентрации ионов металлов стандартных образцов лежит в интервале 0,95–1,06 г/дм³. Относительная расширенная неопределенность (при $k = 2$) аттестованного значения массовой концентрации не превышает 0,8%, относительная стандартная неопределенность от нестабильности не превышает 0,069%. Срок годности стандартных образцов составляет 3 года при соблюдении условий хранения.

Разработанные стандартные образцы внесены Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов под номерами ГСО 11122–2018, ГСО 11123–2018, ГСО 11124–2018, ГСО 11125–2018 и ГСО 11126–2018. Стандартные образцы производства ФГУП «ВНИИОФИ» имеют расширенную неопределенность, сопоставимую со стандартными образцами мировых лидеров в производстве аналогичных материалов.

Ключевые слова: стандартный образец, спектральные методы, ГЭТ 196-2015, государственный первичный эталон, алюминий, никель, магний, титан, индий, химический анализ

Ссылка при цитировании:

Ермакова Я. И., Иванов А. В., Зябликова И. Н., Шобина А. Н. Разработка государственных стандартных образцов в области физико-химического анализа. стандартные образцы состава водных растворов ионов алюминия, индия, магния, никеля и титана // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 3. С. 23–32. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-23-32.

For citation:

Ermakova I. I., Ivanov A. V., Zyablikova I. N., Shobina A. N. Development of certified reference materials for physicochemical analysis. Certified reference solutions for the composition of aqueous aluminum, indium, magnesium, nickel and titanium. Reference materials. 2019; 15(3): 23–32. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-23-32 (In Russ.).

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

DEVELOPMENT OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS FOR PHYSICOCHEMICAL ANALYSIS. CERTIFIED REFERENCE SOLUTIONS FOR THE COMPOSITION OF AQUEOUS ALUMINUM, INDIUM, MAGNESIUM, NICKEL AND TITANIUM

Ianina I. Ermakova, Alexander V. Ivanov, Irina N. Zyablikova, Anna N. Shobina

The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI),
Moscow, Russian Federation
e-mail: Ermakova@vniiofi.ru

Received – 01 June, 2019; Revised – 20 June, 2019

Accepted for publication – 20 June, 2019

This paper presents information on the development and certification of reference materials (CRM) for the composition of aqueous aluminium, indium, magnesium, nickel, and titanium solutions.

CRMs are represented by aqueous solutions containing aluminium, indium, magnesium, nickel, and titanium ions. CRMs have been packed into 5, 10 and 25 cm³ glass ampoules, as well as into 50 and 250 cm³ polypropylene vessels. The certified values of metal mass concentrations were established according to the preparation method.

The certified value of the mass concentration of metal ions in the CRMs under study is found to vary within the range of 0.95–1.06 g/dm³. Both the relative expanded uncertainty (under $k=2$) of the certified mass concentration and the relative standard uncertainty due to instability do not exceed the values of 0.8% and 0.069%, respectively. The developed CRMs are shown to have the shelf life of 3 years provided that standard storage conditions are ensured. The developed CRMs are included into the RF State Register of Certified Reference Materials under the following numbers: CRM 11122–2018, CRM 11123–2018, CRM 11124–2018, CRM 11125–2018, and CRM 11126–2018. The CRMs produced by the All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements (VNIIOFI) are characterized by the values of expanded uncertainty comparable to those of world leaders in the production of similar materials.

Keywords: reference material, spectral methods, GET 196-2015, state primary standard, aluminium, nickel, magnesium, titanium, indium, chemical analysis

Используемые в статье сокращения

ICP-OE – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

ICP-MS – масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

ГСО – государственный стандартный образец

СО – стандартный образец

НИИР – научно-исследовательская работа

Abbreviations used in the article

ICP-OE – inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

ICP-MS – inductively coupled plasma mass spectrometry

CRM – certified reference materials

RM – reference materials

R&D – scientific and research developments

Введение

Стандартные образцы состава растворов ионов металлов предназначены для определения соответствующих ионов в воде, почве, атмосферном воздухе, биологических средах, объектах окружающей среды, пищевых продуктах, технической и химической продукции фотометрическими, спектрофотометрическими, атомно-абсорбционными, ICP-OE, ICP-MS и другими методами.

Данные методы измерений являются косвенными и для проведения исследований образцов необходима предварительная калибровка. Основной формой аналитических проб для данных приборов являются водные растворы, поэтому калибровку приборов осуществляют с применением калибровочных образцов, которые чаще всего готовят смешением и разведением стандартных образцов (ГСО) состава растворов, формируя необходимую систему аттестованных смесей. К стандартным

растворам элементов, предназначенных для калибровки подобных приборов, необходимо предъявлять специфические требования, вытекающие из особенностей метода и поставленных задач (низкие пределы обнаружения, высокая точность определения).

Стандартные образцы используются не только для калибровки средств измерений, но и для метрологической аттестации методик выполнения измерений и контроля показателей точности выполняемых измерений.

ФГУП «ВНИИОФИ» занимается метрологическим обеспечением различных областей промышленности и науки, таких как авиационная промышленность, металлургия и прочее. Для этой цели в институте был разработан и утвержден Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196–2015¹. На эталоне ведутся работы по разработке и утверждению референтных

методик измерения, проведению испытаний в целях утверждения типа стандартных образцов, по установлению метрологической прослеживаемости. В связи с повышающимися требованиями к точностям измерений возникает необходимость в более точных стандартных образцах с неопределенностью аттестованного значения менее 1 %.

Обзор литературы

Для выпуска ГСО состава растворов ионов металлов ФГУП «ВНИИОФИ» были выбраны пять элементов: алюминий, никель, магний, титан, индий. Данные металлы были выбраны как наиболее распространенные элементы, присутствующие в матрицах основных авиационных сплавов. Индий также широко применяется в спектральном анализе в роли внутреннего стандарта, так как имеет много ярко выраженных линий в спектре эмиссии, которые не накладываются на линии элементов изучаемой пробы.

Перед началом производства были изучены сведения по уже имеющимся на данный момент стандартным образцам утвержденного типа выбранных ФГУП «ВНИИОФИ» элементов.

Анализ данных показал, что стандартных образцов утвержденного типа состава водных растворов ионов индия на данный момент в Федеральном информационном фонде обеспечения единства измерений нет.

¹ ГЭТ 196–2015 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов // ФГУП «ВНИИОФИ» [сайт]. URL: <http://www.ckr.vniiofi.ru/index.php/16-etalon/41-get-196-2011-gosudarstvennyj-pervichnyj-etalon-edinit-massovoj-molyarnoj-doli-i-massovoj-molyarnoj-kontsentratsii-komponentov-v-zhidkikh-i-tverdykh-veshchestvakh-i-materialakh-na-osnove-spektralnykh-metodov>

Таблица 1. Стандартные образцы состава водных растворов ионов алюминия

Table 1. CRMs for the composition of aqueous aluminum solutions

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массовой концентрации ионов алюминия	Границы допускаемого значения относительной погрешности
8059–94/ 8061–94	СО состава водных растворов ионов алюминия (комплект № 12К)	Российская Федерация, ООО «ЦСОВВ»	водные растворы квасцов алюмокалиевых, подкисленные серной кислотой	0,95–1,05	±1,0 %
7927–2001	СО состава раствора ионов алюминия (НК-ЭК)	Российская Федерация, ООО «ЭКРОСХИМ»	раствор алюминия в 1 М азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7854–2000	СО состава раствора ионов алюминия (42К)	Российская Федерация, ООО «ЦСОВВ»	водный раствор алюминия азотно-кислого, подкисленный азотной кислотой	0,95–1,05	±1,0 %

Продолжение табл. 1
Table 1 continuation

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массовой концентрации ионов алюминия	Границы допускаемого значения относительной погрешности
7758–2000	СО состава раствора ионов алюминия	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор квасцов алюмокалиевых в 1 М серной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7453–98	СО состава раствора ионов алюминия (комплект 1К)	Российская Федерация, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	раствор алюминия хлористого 6/в импортный фирмы Rapraeas, в деионизированной воде подкисленный до pH 2–3	0,475–0,525 0,95–1,05	±3,0 %
7269–96	СО состава раствора ионов алюминия	Российская Федерация, ФГУП «УНИИМ», ООО «УЗХП»	раствор квасцов в азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %

Таблица 2. Стандартные образцы состава водных растворов ионов никеля
Table 2. CRMs for the composition of aqueous nickel solutions

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массовой концентрации ионов никеля	Границы допускаемого значения относительной погрешности
8001–93/8003–93	СО состава водных растворов ионов никеля (комплект № 6К)	Российская Федерация, ООО «ЦСОВВ»	водные растворы никеля (II) азотно-кислого, подкисленные азотной кислотой	0,95–1,05	±1,0 %
7873–2000	СО состава раствора ионов никеля (НК-ЭК)	Российская Федерация, ООО «ЭКРОСХИМ»	раствор никеля в 1н азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7785–2000	СО состава раствора ионов никеля	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор никеля азотнокислого в 1 М азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %

Продолжение табл. 2
Table 2 continuation

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массовой концентрации ионов никеля	Границы допускаемого значения относительной погрешности
7442–98	СО состава раствора ионов никеля (комплект 11К)	Российская Федерация, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	раствор никеля азотнокислого квалификации де-ионизированной воде подкисленный до pH 2–3	0,475–0,525 0,95–1,05	±1,0 %
7265–96	СО состава раствора ионов никеля	Российская Федерация, ФГУП «УНИИМ», ООО «УЗХП»	раствор никеля сернокислого 7-водного без кобальта в азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7111–94	СО состава раствора ионов никеля (II)	Российская Федерация, ООО «ЭКМЕТС»	раствор ионов никеля (II) в 0.1 М растворе азотной кислоты	0,95–1,05	±1,0 %

Таблица 3. Стандартные образцы состава водных растворов ионов магния
Table 3. CRMs for the composition of aqueous magnesium solutions

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массовой концентрации ионов магния	Границы допускаемого значения относительной погрешности
7767–2000	СО состава раствора ионов магния	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор магния азотнокислого в 0.1 М азотной кислоте	0,95–1,05	±1,0 %
7681–99	СО состава водного раствора ионов магния	Российская Федерация, ООО «ЭКРОСХИМ»	водный раствор магния хлористого 6-водного	0,95–1,05	±1,0 %
7445–98	СО состава раствора ионов магния (комплект 7К)	Российская Федерация, ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	раствор магния сернокислого в деионизированной воде подкисленный до pH 2–3	0,95–1,05 4,75–5,25	±1,0 %
7190–95/7192–95	СО состава водных растворов ионов магния (комплект № 20К)	Российская Федерация, ООО «ЦСОВВ»	водные растворы магния хлористого	0,95–1,05 0,475–0,525 0,095–0,105	±1,0 %

Таблица 4. Стандартные образцы состава водных растворов ионов титана

Table 4. CRMs for the composition of aqueous titanium solutions

Номер ГСО	Наименование	Производитель	Исходный материал	Аттестованное значение массовой концентрации ионов титана	Границы допускаемого значения относительной погрешности
8464–2003	СО состава раствора ионов титана (IV)	Российская Федерация, ЭАА «Экоаналитика»	раствор сульфата титана (IV) в 0.5 М серной кислоте	0,95–1,05	$\pm 1,0\%$
7205–95/7207–95	СО состава водных растворов ионов титана (IV) (комплект № 13К)	Российская Федерация, ООО «ЦСОВВ»	водный раствор титана четыреххлористого, подкисленный серной кислотой	0,95–1,05 0,475–0,525 0,095–0,105	$\pm 1,0\%$

Как видно из табл. 1–4, часть стандартных образцов получена с использованием в качестве носителя аттестуемого компонента солей металлов. В результате в итоговую погрешность полученных ГСО будет добавляться погрешность взвешивания, определения потерь от растворимости осаждаемого соединения, установления концентрации совместно осаждаемых примесей, общее значение границы допускаемого значения относительной погрешности может достигать $\pm 1,0\%$ [1–3].

Материалы и методы

Стандартные образцы состава растворов ионов металлов производства ФГУП «ВНИИОФИ» готовились путем растворения высокочистых металлов в азотной, соляной и фтористоводородной кислотах. Все исходные материалы, использованные для разработки СО, были произведены в России. Массовую долю основного компонента в них рассчитывали как разность между 100 % и суммарным содержанием примесей. Работы по определению чистоты носителя аттестуемого элемента для алюминия, никеля, магния и титана проводились в 2015 г. в рамках НИР «Проведение исследова-

ний в области измерений физико-химического состава и свойства веществ по разработке государственных эталонов сравнения в виде высокочистых веществ для воспроизведения и передачи единиц величин, характеризующих химический состав твердых веществ», шифр Чистота. Химически чистые металлы были закуплены в ООО «Компонент-Реактив» (г. Москва) и исследованы на ГЭТ 196-2015. Полученные в результате исследований значения массовых долей и оцененные неопределенности представлены в табл. 5.

Для производства ГСО индия был использован Ин000 по ГОСТ 10297–94 [4], закупленный в АО Гиретмет ГНЦ РФ. Массовая доля индия в сырье марки Ин000 составляет 99,9995 %. Для изготовления раствора ионов алюминия, никеля, магния, титана и индия использовалось следующее оборудование и материалы:

– весы лабораторные Sartorius AG ME 36S (Германия), класс точности специальный (1) по ГОСТ Р 53228–2008 [5];

– колбы мерные из полипропилена ёмкостью 50 см³, 1-го класса точности или индивидуально прокалиброванные с неопределенностью не более $\pm 0,5\%$ от номинального объема;

Таблица 5. Метрологические характеристики чистых металлов

Table 5. Metrological characteristics of pure metals

Аттестованная характеристика	Аттестованное значение, %	Расширенная неопределенность аттестованного значения $U(k = 2), \%$
Массовая доля никеля	99,996	0,0013
Массовая доля титана	99,877	0,0118
Массовая доля алюминия	99,9888	0,0030
Массовая доля магния	99,9287	0,0082

–дозаторы автоматические Biohit mLine (Финляндия), номер Госреестра 43133–09, индивидуально калиброванные;

–дистиллятор по ТУ 64-1-1640-72;

– прибор для получения особо чистой воды «ВОДОЛЕЙ» (Россия) по ТУ2.115.000.000;

–система суббойлерной перегонки кислот BERGHOF BSB-939-IR (Германия);

–кислота соляная «Ч» по ГОСТ 3118–77 [6] (прошедшая очистку в системе суббойлерной перегонки кислот);

–кислота азотная «Ч» по ГОСТ 4461–77 [7] (прошедшая очистку в системе суббойлерной перегонки кислот);

– кислота фтористоводородная «Ч» по ГОСТ 2567–89 [8] (прошедшая очистку в системе суббойлерной перегонки кислот).

Чистоту кислот, воды и лабораторного оборудования проверяли на спектрометре атомно-абсорбционном AA 280Z (Varian, Австралия) зав. номер EL07093128, номер Госреестра 16496–09, входящий в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015.

Для приготовления растворов ионов металлов навески стружки алюминия, никеля, титана, магния и индия массой по 0,5 г., взвешенные на весах лабораторных электронных Sartorius ME36S (Германия), помещались в автоклавы системы подготовки проб DigiPREP (SCP Science (Канада)). Пробы растворялись в 1 М соляной кислоте (для алюминия), в 1 М азотной кислоте (для магния, индия и никеля), в 1 М азотной кислоте и 0,2 М фтористоводородной кислоте (для титана) при максимальной температуре 100 °С. Кислота предварительно была очищена путем дистилляции в системе очистки кислот Berghof BSB-939-IR. Полученный раствор с массовой концентрацией ионов металлов 10 г/дм³ разбавляли в 10 раз водой высокой очистки по ГОСТ 6709–72 [9].

Аттестованные значения массовой концентрации ионов металлов были рассчитаны по процедуре приготовления.

Исследование нестабильности СО

Исследование нестабильности стандартных образцов проводилось в соответствии с РМГ 93–2015 [10] изохронным способом на атомно-эмиссионной установке из состава ГЭТ 196-2015. При изохронном исследовании стабильности применялся «метод ускоренного старения». Пробы были разделены на две части. Одну

из частей хранили при (20 ± 5)°С, вторую часть при повышенной температуре. При фиксированных значениях температуры хранения продолжительность исследования стабильности оценивают по формуле:

$$\tau = \frac{T}{2^{\frac{t_1 - t_0}{10}}}, \quad (1)$$

где T – предполагаемый срок годности экземпляра СО = 36 месяцев; t_0 , t_1 – температура хранения материала СО и температура хранения СО при ускоренном старении.

Температура хранения стандартных образцов (20 ± 5)°С, температура ускоренного старения 80 °С.

$$\tau = \frac{12}{2^{\frac{80 - 20}{10}}} = 0,56 \quad (2)$$

Хранение пробы 403 часа при температуре 80 °С соответствует 36 месяцам при 20 °С. В течение 403 часов через каждые три дня производили пять пар измерений в условиях повторяемости и вычисляли отклонение результатов измерений d_i в i -й момент времени.

Стандартную неопределенность от нестабильности u_{stab} в момент времени t и число степеней свободы ν_{stab} оценили по формуле 3. Приведен расчет на примере алюминия.

$$u_{stab} = s_a t = 0,069\%, \quad (3)$$

где t – срок годности СО, равный три года; s_a – стандартное отклонение коэффициента линейности зависимости разности результатов измерений d_i от времени.

Статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено.

Расчет расширенной неопределенности аттестованного значения

Расчет неопределенности от способа определения аттестованного значения стандартного образца проведен с учетом положений ГОСТ ISO Guide 35–2015 [11] и РМГ 93–2015.

За аттестованное значение приняли расчетное значение массовой концентрации металлов, полученное по методу приготовления.

Стандартную неопределенность от способа характеристики оценили по формуле 4. Расчет приведен для алюминия.

$$u_{char} = \sqrt{\frac{s^2}{n-1} + \frac{U^2(\Theta)}{k^2}} = 0,267\%, \quad (4)$$

где $U(\Theta)$ – значение расширенной стандартной неопределенности по методу приготовления; s – относительное стандартное отклонение приготовленных параллельных СО.

Суммарную стандартную неопределенность аттестованного значения стандартных образцов в соответствии с ГОСТ Р 54500.3–2011 определяли по уравнению:

$$u_c^2(A) = u_{char}^2 + u_{stab}^2 = 0,276\%, \quad (5)$$

где u_{char}^2 – стандартная неопределенность от способа определения аттестованного значения СО; u_{stab}^2 – стандартная неопределенность от нестабильности СО.

Расширенную неопределенность U вычисляли исходя из суммарной стандартной неопределенности u_c и коэффициента охвата k по формуле

$$U = ku_c = 0,55\% \quad (6)$$

Результаты и обсуждения

В результате проведенных исследований, учитывающих стабильность растворов и погрешность метода

были получены следующие значения массовой концентрации ионов металлов и расширенной неопределенности аттестованного значения массовой концентрации ионов металлов (см. табл. 6).

В описании типа стандартных образцов была прописана расширенная неопределенность 0,8 %, полученная исходя из максимально возможных показателей неопределенности всех составляющих (метод определения аттестованной характеристики, чистота материалов).

Стандартные образцы утвержденного типа состава растворов ионов алюминия, титана, магния, никеля и индия производства ФГУП «ВНИИОФИ» расфасованы в ампулы вместимостью 5, 10, 25 см³ и полипропиленовые сосуды (банки) вместимостью 50 и 250 см³.

Заключение

Разработанные стандартные образцы внесены Государственный реестр утвержденных типов стандартных образцов под номерами ГСО 11122–2018,

Таблица 6. Стандартные образцы состава ионов металлов производства ФГУП «ВНИИОФИ»

Table 6. Certified reference materials (CRM) of metal ions aqueous solutions composition developed by VNIIOFI

Номер ГСО	Наименование	Исходный материал	Аттестованное значение массовой концентрации ионов металлов		Расширенная неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата $k=2$, %	
			согласно описанию типа	первой партии	согласно описанию типа	первой партии
11122–2018	СО состава раствора алюминия	раствор металлического алюминия в 1 М соляной кислоте	0,95–1,06	1,04	0,8	0,55
11123–2018	СО состава раствора индия	раствор металлического индия в 1 М азотной кислоте	0,95–1,06	1,03	0,8	0,31
11124–2018	СО состава раствора магния	раствор металлического магния в 1 М азотной кислоте	0,95–1,06	0,99	0,8	0,44
11125–2018	СО состава раствора никеля	раствор металлического никеля в 1 М азотной кислоте	0,95–1,06	0,99	0,8	0,37
11126–2018	СО состава раствора титана	раствор металлического титана 1 М азотной кислоте и 0,2 М фтористоводородной кислоте	0,95–1,06	1,05	0,8	0,52

ГСО 11123–2018, ГСО 11124–2018, ГСО 11125–2018 и ГСО 11126–2018².

Отличительной чертой ГСО производства ФГУП «ВНИИОФИ» является указание в метрологических характеристиках значения расширенной неопределенности, а не погрешности. Это позволяет облегчить интеграцию российской метрологии в международные метрологические организации, такие как COOMET, BIPM, JCTLM.

Аттестованное значение массовой концентрации ионов металлов государственных стандартных образцов лежит в интервале 0,95–1,06 г/дм³. Относительная расширенная неопределенность (при $k=2$) аттестованного значения массовой концентрации не превышает 0,8%, относительная стандартная неопределенность от нестабильности не превышает 0,069%. Срок годности стандартных образцов составляет 3 года при соблюдении условий хранения.

² ГСО 11122–2018 Стандартный образец состава раствора алюминия. Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492841>

ГСО 11123–2018 Стандартный образец состава раствора индия. Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492842>

ГСО 11124–2018 Стандартный образец состава раствора магния. Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492843>

ГСО 11125–2018 Стандартный образец состава раствора никеля. Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492844>

ГСО 11126–2018 Стандартный образец состава раствора титана. Росстандарт [сайт]. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/492845>

Стандартные образцы утвержденного типа производства ФГУП «ВНИИОФИ» имеют расширенную неопределенность, сопоставимую со стандартными образцами мировых лидеров в производстве аналогичных материалов.

Государственные стандартные образцы ионов металлов вошли в состав Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов ГЭТ 196-2015 так как их точностные характеристики соответствуют уровню ГЭТ 196-2015.

Вклад соавторов

Ермакова Я. И.: концепция исследования, получение экспериментальных данных, анализ экспериментальных данных, сбор литературных данных, компьютерная работа с текстом, перевод на английский, критический анализ и доработка текста.

Зябликова И. Н.: получение экспериментальных данных, анализ экспериментальных данных, оформление документов по испытаниям СО в целях утверждения типа.

Шобина А. Н.: определение замысла статьи, сбор литературных данных, подготовка первоначального варианта текста статьи, критический анализ и доработка текста.

Иванов А. В.: концепция исследования, критический анализ и доработка статьи.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лайтинен Г. А., Харрис В. Е. Химический анализ. М.: Химия, 1979. 624 с.
2. Бабко А. К., Пятницкий Н. В. Количественный анализ. М.: Мир, 1968. 495 с.
3. Лисиенко Д. Г., Домбровская М. А., Лисиенко М. Д. Стандартные образцы состава растворов ионов металлов для градуировки приборов с индуктивно-связанной плазмой // Стандартные образцы. 2010. № 3. С. 45–55.
4. ГОСТ 10297–94 Индий. Технические условия. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1994. 27 с.
5. ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. М.: Стандартиформ, 2010. 134 с.

REFERENCES

1. Laitinen H. A., Harris V. E. Chemical analysis. Moscow: Chemistries; 1979. 624 p. (In Russ.).
2. Babko A. K., Pyatnitsky N. V. Quantitative analysis. Moscow: Mir; 1968. 495 p. (In Russ.).
3. Lisienko D. G., Dombrovskaya M. A., Lisienko M. D. Certified reference materials for composition of metal ion solutions for calibration of instruments with inductively coupled plasma. Standartnye obrazcy=Reference materials. 2010;3:45–56. (In Russ.).
4. GOST 10297–94 Indium. Specifications. Interstate Council for Standardization, Metrology and Certification. Minsk, 1994, 27 p. (In Russ.).
5. GOST 53228–2008 Non-automatic weighing instruments. Standartinform Publ. Moscow, 2010, 134 p. (In Russ.).

6. ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (с изменением № 1). М.: ИПК Издательство стандартов, 2018. 12 с.

7. ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (с изменением № 1,2 с Поправкой). М.: Стандартиформ, 2018. 6 с.

8. ГОСТ 2567–89 Кислота фтористоводородная техническая. Технические условия. М.: ИПК Издательство стандартов, 2018. 15 с.

9. ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2016. 11 с.

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

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

6. GOST 3118–77 Reagents. Hydrochloric acid. Specifications. IPK publishing standards, as amended. Moscow, 2018, 12 p. (In Russ.).

7. GOST 4461–77 Reagents. Nitric acid. Technical conditions. Standartinform Publ. Moscow, 2018, 6 p. (In Russ.).

8. GOST 2567–89 Hydrofluoric acid technical. Technical conditions. IPK publishing standards. Moscow, 2018, 15 p. (In Russ.).

9. GOST 679–72 Water distilled. Specifications. Standartinform Publ. Moscow, 2016, 11 p. (In Russ.).

10. RMG 93–2009 GSI. State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. Standartinform Publ. Moscow, 2011, 32 p. (In Russ.).

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

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Ермакова Янина Игоревна – старший научный сотрудник отдела испытаний и сертификации Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).
Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46
e-mail: Ermakova@vniiofi.ru

Иванов Александр Вячеславович – начальник отдела испытаний и сертификации Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).
Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46
e-mail: Ivanov@vniiofi.ru

Зябликова Ирина Николаевна – инженер отдела испытаний и сертификации Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).
Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46
e-mail: Center_gso@vniiofi.ru

Шобина Анна Николаевна – начальник сектора обеспечения единства атомно-спектральных измерений Всероссийского научно-исследовательского института оптико-физических измерений (ФГУП «ВНИИОФИ»).
Российская Федерация, 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46
e-mail: Shobina@vniiofi.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Ianina I. Ermakova – Senior Researcher, the Department of Testing and Certification, the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).
46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation
e-mail: Ermakova@vniiofi.ru

Alexander V. Ivanov – Head of the Department of Testing and Certification, the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).
46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation
e-mail: Ivanov@vniiofi.ru

Irina N. Zyablikova – Engineer the Department of Testing and Certification, the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).
46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation
e-mail: Center_gso@vniiofi.ru

Anna N. Shobina – Head of the Sector for Ensuring the Unity of Atomic Spectral the All-Russian Research Institute of Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (VNIIOFI).
46 Ozernaya St., Moscow, 119361, the Russian Federation
e-mail: Shobina@vniiofi.ru

DOI: 10.20915/2077-1177-2018-15-3-33-40
УДК 006.91:539.14 + 664:539.1.047:539.1.04 + 621.039.83

РАДИАЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ ПЛЁНОЧНЫЕ КОМПОЗИЦИИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПОГЛОЩЁННЫХ ДОЗ В ДИАПАЗОНЕ 100-1000 Гр

© В. П. Тенишев, И. А. Емельяненко

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических
и радиотехнических измерений» (ФГУП «ВНИИФТРИ»),
р. п. Менделеево, Солнечногорский район, Московская обл., Российская Федерация
e-mail: tenishev@vniiftri.ru

Поступила в редакцию – 15 июля 2019 г., после доработки – 22 августа 2019 г.
Принята к публикации – 22 августа 2019 г.

Данная работа была направлена на исследование спектральных особенностей и дозовой чувствительности плёночных дозиметрических систем, утвержденных в качестве стандартных образцов поглощенной дозы, разработанные во ФГУП ВНИИФТРИ. Изучены свойства новых радиационно-чувствительных композиций для высокоинтенсивных ионизирующих излучений для диапазона поглощенных доз от 100 до 1000 Гр. Дозиметрические измерения в этом диапазоне востребованы в технологиях по обработке ионизирующим излучением продукции пищевой промышленности и сельского хозяйства.

Ключевые слова: радиационные технологии, радиационно-технологическая установка, ионизирующее излучение, поглощенная доза, дозиметрия, радиационно-чувствительные композиции, постэффект, термическая выдержка

RADIATION-SENSITIVE FILM COMPOSITIONS FOR MEASURING ABSORBED DOSES WITHIN THE 100-1000 GY RANGE

Vladimir P. Tenishev, Ivan A. Emelyanenko

All-Russian Scientific Research Institute of Physical Technical and Radio Technical Measurements (VNIIFTRI),
Moscow region, Mendeleevo, Russian Federation
e-mail: tenishev@vniiftri.ru

Received – 15 July, 2019; Revised – 22 August, 2019
Accepted for publication – 22 August, 2019.

This work was aimed at investigating the spectral features and dose sensitivities of film dosimetry systems developed at the All-Russian Research Institute for Physical-Engineering and Radiotechnical Metrology (VNIIFTRI) and

Ссылка при цитировании:

Тенишев В. П., Емельяненко И. А. Радиационно-чувствительные плёночные композиции для измерения поглощённых доз в диапазоне 100-1000 Гр // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. № 3. С. 33–40. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-33-40.

For citation:

Tenishev V. P., Emelyanenko I. A. Radiation-sensitive film compositions for measuring absorbed doses within the 100-1000 Gy range. 2019; 15 (3): 33–40. DOI 10.20915/2077-1177-2019-15-3-33-40 (In Russ.).

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

approved as absorbed-dose reference materials. The properties of new radiation-sensitive compositions for high-intensity ionising radiation in the absorbed-dose range from 100 to 1000 Gy were studied. Dosimetric measurements in this range are in demand in the sphere of ionising radiation technologies used in agriculture and food-processing industries.

Keywords: radiation processing technologies, radiation processing unit, ionising radiation, absorbed dose, dosimetry, radiation-sensitive compositions, post-effect, heat treatment

Используемые в статье сокращения

МПД – единица мощности поглощенной дозы
ПД – поглощенная доза
ПОР – стандартные образцы утвержденного типа на основе плёнок окрашенных радиационно-чувствительных
СО – стандартный образец
РТУ – радиационно-технологическая установка
РЧС – радиационно-чувствительный слой

Abbreviations used in the article

ADR – absorbed dose rate
AD – absorbed dose
CRFs – Certified reference materials on the basis of coloured radiation-sensitive films
CRMs – certified reference materials
RPU – Radiation processing unit
RFS – radiation sensitive layer

Введение

В радиационных технологиях при обработке изделий ионизирующим излучением технологическая цель может быть достигнута только при правильной настройке параметров радиационно-технологической установки (РТУ), таких как энергия излучения, скорость конвейера, укладка продукции относительно источника ионизирующего излучения и т. п. Эта задача решается путем надлежащей дозиметрии [1–8] с составлением карты поглощенной дозы (ПД) во всем объеме облучаемой продукции. Исходя из дозиметрических данных устанавливаются соответствующие параметры РТУ. При этом диапазон поглощенных доз в изделии должен лежать в пределах нормативных требований по ПД [9], прописанных в технологическом регламенте облучения конкретного изделия по требованиям обеспечения качества и безопасности продукции для потребителя.

В настоящее время для дозиметрического контроля РТУ по поглощенной дозе в радиационных технологиях Российской Федерации используются разработанные во ФГУП «ВНИИФТРИ» аттестованные стандартные образцы утвержденного типа на основе плёнок окрашенных радиационно-чувствительных (ПОР). Эти средства обеспечены прослеживаемостью к государственному первичному специальному эталону ГЭТ 209-2014 [10], хранящему единицу мощности поглощенной дозы (МПД), и допускают измерение поглощенных доз высокоинтенсивного излучения в диапазоне от 1 до 200 кГр с соответствующими метрологическими характеристиками.

Однако диапазон измерения дозы стандартными образцами ПД утвержденного типа в настоящее время недостаточен для проведения надлежащей дозиметрии

при обработке радиационным способом продукции пищевой и сельскохозяйственной продукции. Здесь в зависимости от технологической цели диапазон ПД может лежать в пределах от десятков Гр до нескольких десятков кГр [6], что ставит задачу разработки новых дозиметрических систем с повышенной чувствительностью для измерения поглощенной дозы высокоинтенсивного ионизирующего излучения в диапазоне (100–1000) Гр.

При облучении продукции в транспортном контейнере неравномерность поглощенных доз отдельных видов в продукции удовлетворяет условию $D_{\max}/D_{\min} \leq 3$. С другой стороны при таких условиях распределение поглощенной дозы в продукции, установленной в результате картирования дозы, должно строго удовлетворять условию

$$D_{\min} \leq D_{\text{irrad}} \leq D_{\max},$$

где:

$D_{\min}$ – минимальное значение поглощенной дозы, при котором еще может быть достигнута технологическая цель при облучении изделий; D_{irrad} – спектр поглощенных доз, установленный в результате картирования дозы в продукции; $D_{\max}$ – наибольшее значение поглощенной дозы, при котором наступает качественное изменение физических и технических свойств изделия в результате воздействия ионизирующего излучения.

Вследствие таких ограничений поглощенной дозы в продукции при дозиметрии в радиационных технологиях требуется строго использовать дозиметрические системы с установленными метрологическими характеристиками, прослеживаемыми к национальному эталону во всем допустимом диапазоне ПД [1–8]. В результате будет обеспечено сохранение качества продукта, его безопасность и единство измерения ПД при обработке

ионизирующим излучением продукции на территории Российской Федерации [11, 12].

Опыт работы ФГУП «ВНИИФТРИ» в области стерилизации медицинских изделий [9, 10] электронными ускорителями и радионуклидными источниками излучений показывает, что дозиметрия в радиационных технологиях наиболее практична радиационно-чувствительными пленочными средствами вследствие простоты измерений, доступности, дешевизны и высокого пространственно-разрешенного (до 1 мм) картирования поглощенной дозы в облучаемой продукции. Пленочные дозиметрические системы на базе радиационно-чувствительных композиций, созданных в национальных институтах различных стран, таких как США, Канада, Великобритания, Нидерланды, Китай, Россия и др., в настоящее время не обеспечивают измерение поглощенных доз в диапазоне (100–1000) Гр в радиационных технологиях.

Создание новых, чувствительных в указанном диапазоне поглощенных доз, стабильных к различным входным параметрам пленочных средств измерения ПД зависит от физико-химической природы радиационных превращений в многокомпонентных сложных композициях полимеров, красителей и сенсibilizаторов. Здесь мы не рассматриваем бюджет неопределенностей пленочных дозиметрических систем, который требует отдельного, детального исследования по выявлению источников, влияющих на метрологические характеристики средств измерения.

В настоящей работе показана возможность разработки новых пленочных дозиметрических систем для диапазона поглощенных доз (100–1000) Гр.

Материалы, аппаратура и методы

Радиационно-чувствительные композиции

В табл. 1 перечислены исследованные в настоящей работе радиационно-чувствительные композиции, их состав и краткие условные названия. Из перечисленных композиций изготовлены по определенной технологии (ТУ 2379–026–13271746–2006) пленки окрашенные радиационно-чувствительные (ПОР). Пленки ПОР получают путем нанесения регистрирующего ПД

радиационно-чувствительного слоя (РЧС) из соответствующего сополимера (табл. 1) на основу-носитель из прозрачной полиэтилентерефталатной (ПЭТ) пленки толщиной ~100 мкм. ПЭТ-основа выбрана потому, что она является носителем РЧС в уже разработанных и широко используемых пленочных дозиметрах для диапазона (1–200) кГр. Состав радиационно-чувствительных композиций здесь не приводится, поскольку является оригинальной разработкой собственника.

Экспериментальная аппаратура

Облучение экспериментальных плёночных образцов проводилось на аттестованных установках МРХ-γ-100 (излучение радионуклидов ^{60}Co с энергией 1,25 МэВ, мощность дозы ~3 Гр/сек) и ЛМБ-γ-1М (излучение радионуклидов ^{137}Cs , с энергией 0,65 МэВ, мощность дозы ~0,5 Гр/сек). Эти установки входят в состав Государственного первичного специального эталона единицы мощности поглощённой дозы интенсивного фотонного, электронного и бета излучений для радиационных технологий ГЭТ 209-2014 [10].

Измерения оптической плотности (ОП) исследуемых плёночных образцов до и после облучения проводились на спектрофотометре SPECORD 210 Plus фирмы «Analytik Jena».

Подготовка образцов радиационно-чувствительных материалов и методика измерений

Изготавливались листы с однородно нанесенным на ПЭТ-основу радиационно-чувствительным слоем с толщиной от (10±1) мкм до (60±3) мкм. Далее листы пленки сушили в термической печи при ~60 °С в течение 4–5 часов. После просушки из этих листов пленок вырезались рабочие образцы размером 10×25 мм (в соответствии с размерами держателей пленок в спектрофотометре). Оптическая плотность необлученных пленок контролировалась сначала визуально, а затем на спектрофотометре с целью отбора необлученных образцов в качестве опорных. Для последующего облучения соответствующей дозой составлялись стопки из 5–6 образцов, вырезанных размером 10×25мм пленок, которые затем устанавливались в аттестованную

Таблица 1. Радиационно-чувствительные композиции, исследованные в работе

Table 1. Radiation-sensitive compositions under study

Радиационно-чувствительная композиция	Диапазон ПД, кГр	Вид излучения	Условное название
Сополимер с 4-диэтиламиноазобензолом	(1–10) кГр (200–1000) Гр	γ, e ⁻ , β	ПОР-2
Сополимер с лейкодамином	(100–1000) Гр		

область камеры гамма-установки. Оптическая плотность облученных различными дозами пленок измерялась на спектрофотометре относительно ОП необлученного опорного образца.

Результаты исследований

Спектральные и дозиметрические характеристики радиационно-чувствительной композиции стандартного образца СО ПД(Э)-1/10

Стандартный образец поглощенной дозы утвержденного типа СО ПД(Э)-1/10 (ГСО 8916–2007), изготовленный с радиационно-чувствительным слоем (30 ± 3) мкм, используется как пленочный химический дозиметр ионизирующего излучения в диапазоне поглощенных доз (1–10) кГр. Этот дозиметр при значениях поглощенной дозы менее 1 кГр обладает низкой чувствительностью и большой погрешностью. На базе радиационно-чувствительной композиции СО ПД(Э)-1/10 для исследований были изготовлены образцы пленок с различными толщинами РЧС.

На рис. 1 представлена зависимость относительной ОП от толщины радиационно-чувствительного слоя СО ПД(Э)-1/10 при облучении дозой ~1000 Гр. Измерения проводились на 5 образцах для каждого указанного на рис. 1 значения толщины РЧС. Из приведенных на рисунке данных видно, что ОП возрастает в зависимости от толщины РЧС линейно в области от ~34 до ~56 мкм.

На рис. 2 приведены измеренные спектральные и дозиметрические характеристики для радиационно-

но-чувствительного слоя СО ПД(Э)-1/10 толщиной РЧС (56 ± 3) мкм после облучения дозами от 200 Гр до 1000 Гр. Как видно из рисунка, чувствительность этой пленки достаточна для измерения ПД в требуемой области поглощенных доз. Форма полосы поглощения в рассматриваемом диапазоне практически не зависит от величины ПД. Следовательно, радиационно-чувствительная композиция СО ПД(Э)-1/10 с увеличенной толщиной или повышенной концентрацией компонентов РЧС может быть рекомендована для измерений поглощенной дозы в диапазоне (~200–1000) Гр.

Спектральные и дозиметрические характеристики радиационно-чувствительного полимера с бесцветной формой красителя родамин С

Композиция получена из галогеносодержащего полимера с добавками пластификатора, стабилизатора и чувствительного к ионизирующему излучению красителя родамин С. Изготавливается смешиванием до однородной массы нейтрального водного раствора экстракта бесцветной формы красителя с раствором полимера. Полученную смесь выдерживают определенное время в открытом сухом месте и выливают на равномерно двигающуюся основу. Различные по толщине РЧС-композиции при поливе получают путем изменения скорости движения ленты-носителя. До облучения композиция бесцветна и оптически прозрачна в видимой области спектра. После облучения гамма излучением ^{60}Co или ^{137}Cs эталона пленка, содержащая родамин С, окрашивается в яркую устойчивую форму

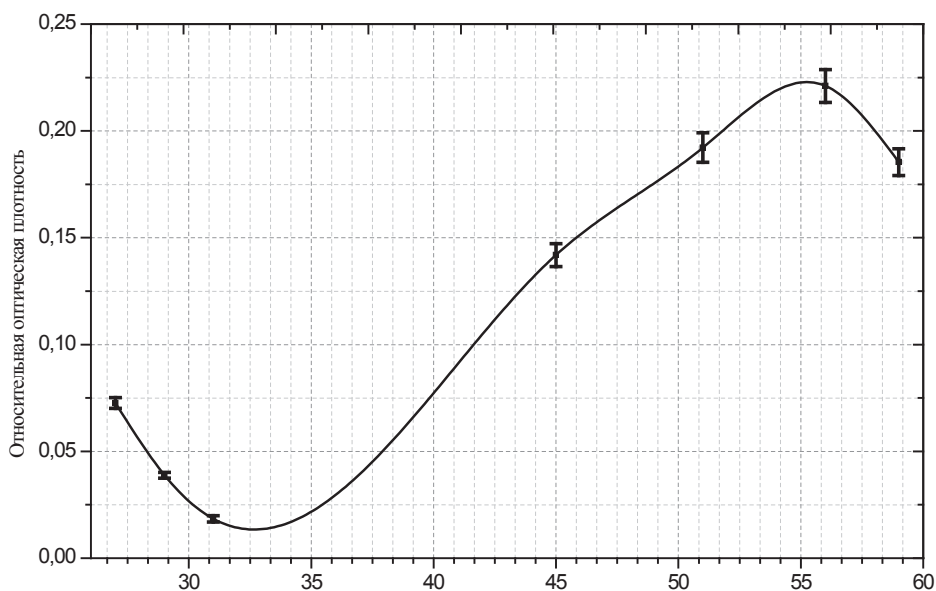


Рис. 1. Зависимость чувствительности ПОР-2 от толщины РЧС на длине волны 550 ± 3 нм

Fig. 1. Dependence of the CRF-2 sensitivity on the thickness of the radiation-sensitive layer at a wavelength of 550 ± 3 nm

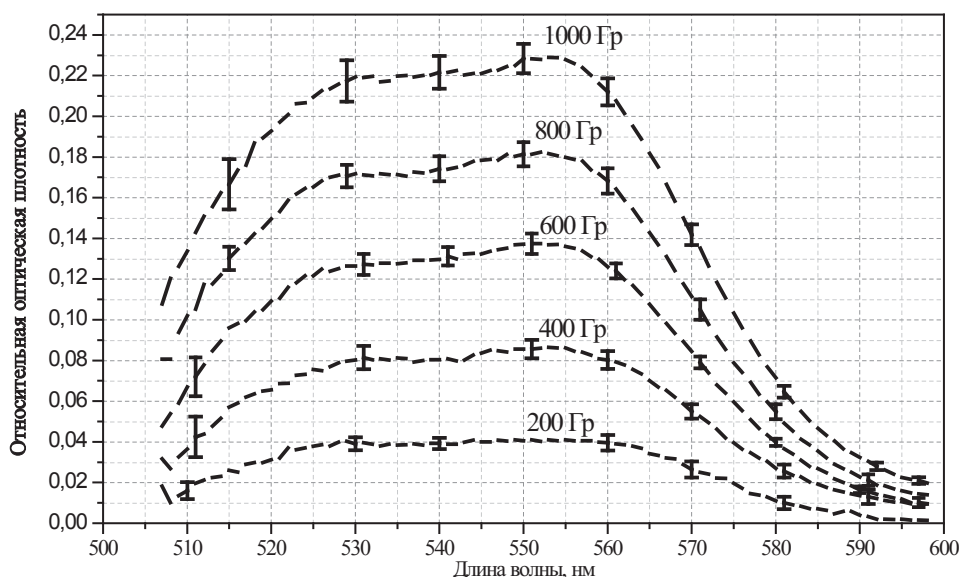


Рис. 2. Оптическая плотность ПОР-2 с радиационно-чувствительным слоем из сополимера с азокрасителем 4-диэтиламино-азобензол толщиной (~56 мкм) после облучения разными дозами.

Fig. 2. Optical density of CRF-2 having a radiation-sensitive copolymer layer with an azo dye 4-Dimethylaminoazobenzene (~56 μm thick) after being irradiated with different doses

и с увеличением поглощенной дозы ее оптическая плотность монотонно возрастает. На рис. 3 приведено спектральное распределение радиационной чувстви-

тельности композиции с толщиной чувствительного слоя ~ 60 мкм на носителе. Видно, что эта композиция проявляет достаточно высокую чувствительность к об-

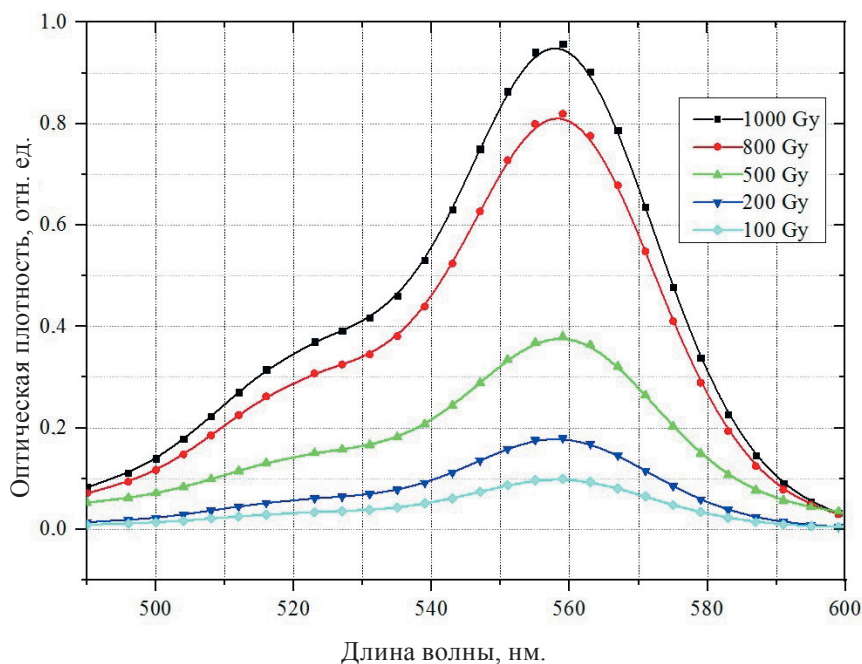


Рис. 3. Спектральная зависимость оптического поглощения от дозы ИИ РЧ композиции толщиной (~60 мкм) на основе родамина С.

Fig. 3. Spectral dependence of optical absorption on the ionising-radiation dose for a radiation-sensitive composition (~60 μm thick) on the basis of Rhodamine C

лучению дозой даже ниже, чем 100 Гр. При облучении выше 10 кГр наступает насыщение красителя и дальнейшее увеличение дозы приводит не к повышению оптической плотности, а к постепенной ее деградации.

Особый интерес представляет функциональная зависимость поглощенной дозы радиационно-чувствительных композиций от наведенной ионизирующим излучением оптической плотности. На рис. 4 представлена такая зависимость исследованных нами образцов (рис. 2 и 3), выражаемая с достаточной точностью степенной функцией, которая может быть уточнена в процессе градуировки при выпуске партии пленочных образцов в качестве средств измерения поглощенной дозы.

Изменение со временем (постэффект) наведенной ионизирующим излучением оптической плотности РЧС композиций исследовалось методом тепловой обработки облученных образцов. С этой целью радиационно-чувствительные пленки после облучения различными дозами выдерживались в печи при определённой

температуре. Из измерений поглощенной дозы с термической выдержкой следует, что после термической обработки в диапазоне температур от 60 °С до 90 °С до 30 минут постэффект значительно снижается. Одновременно уменьшается начальная оптическая плотность по сравнению с измеренным значением ОП сразу после облучения до термической обработки, что необходимо принимать во внимание при выпуске пленочных средств измерения ПД.

Заключение

В настоящее время в Российской Федерации большое внимание уделяется использованию радиационных технологий в агропромышленном производстве и пищевой промышленности [11, 12]. Согласно [1–8], измерение поглощенной дозы требуется для управления радиационно-технологической установкой с целью гарантированного обеспечения качества облучаемой продукции и ее безопасности. Для этой цели требуются средства измерения поглощенной дозы от 100 Гр и выше.

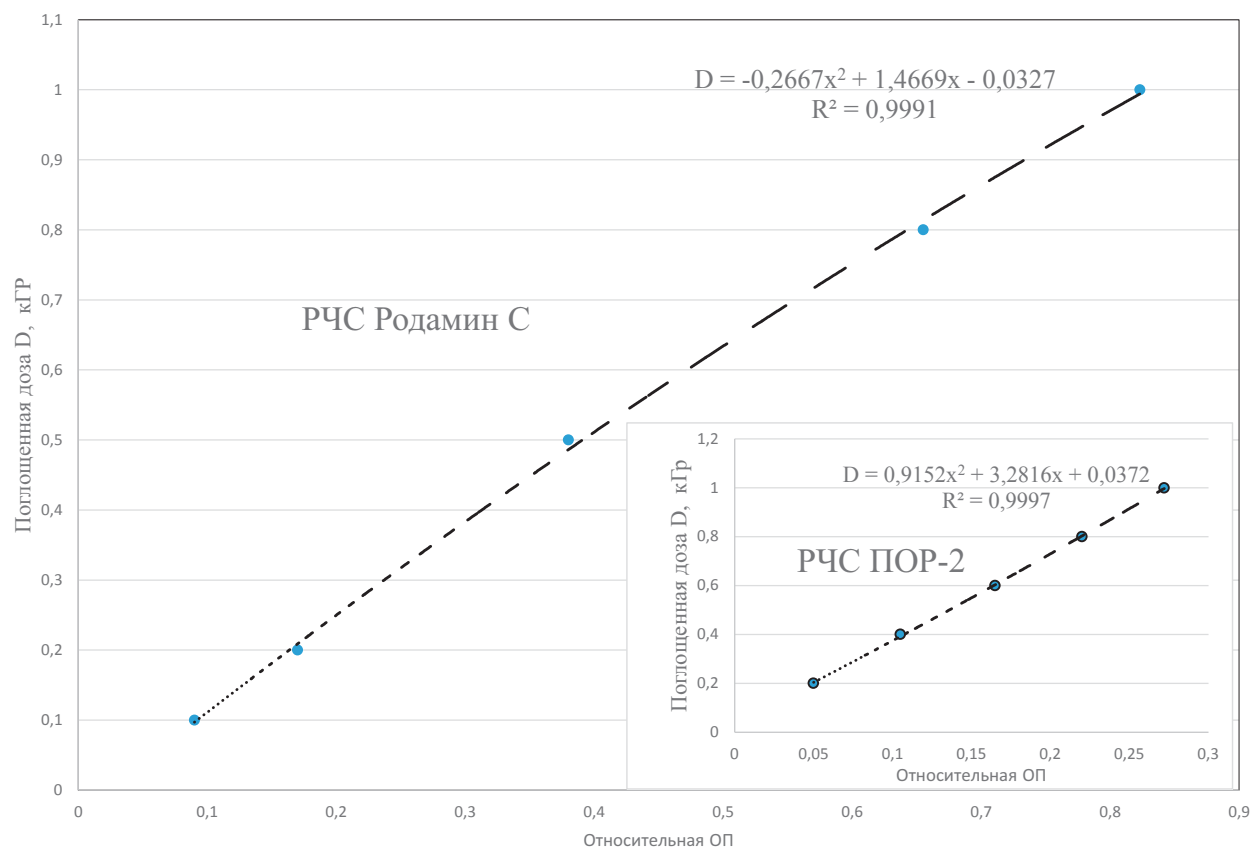


Рис. 4. Функциональная зависимость поглощенной дозы D от ОП для двух радиационно-чувствительных композиций на основе родамина С (~60 мкм) и ПОР-2 (~56 мкм) в соответствии с данными рис. 2 и рис. 3.

Fig. 4. Functional dependence of the absorbed dose D on optical density for two radiation-sensitive compositions on the basis of Rhodamine C (~60 μm) and CRF-2 (~56 μm) in accordance with Figures 2–3.

Исследованные в настоящей работе радиационно-чувствительные композиции позволяют разработать средства измерения поглощенной дозы для диапазона ПД (100–1000) Гр высокоинтенсивного фотонного и электронного излучений, широко применяемых в радиационных технологиях.

Благодарности

Авторы выражают благодарность сотрудникам лаборатории технологической дозиметрии ФГУП «ВНИИФТРИ» за содействие при экспериментальных исследованиях, обработке результатов измерений и конструктивные замечания при подготовке работы к печати.

Вклад соавторов

Тенишев В. П.: концепция исследования, получение экспериментальных данных, анализ экспериментальных данных, критический анализ и доработка текста.

Емельяненко И. А.: сбор литературных данных, получение экспериментальных данных, анализ экспериментальных данных, компьютерная работа с текстом.

Все авторы прочитали и одобрили окончательный вариант рукописи.

ЛИТЕРАТУРА

1. ISO 11137–1:2006 Sterilization of health care products – Radiation – Part 1: Requirements for development, validation and routine control of a sterilization process for medical devices.
2. ГОСТ ISO 11137-1-2011. Стерилизация медицинской продукции. Радиационная стерилизация. Часть 1. Требования к разработке, валидации и текущему контролю процесса стерилизации медицинских изделий. М.: Стандартинформ, 2013. 36 с.
3. ISO 11137–3:2017(en). Sterilization of health care products – Radiation – Part 3: Guidance on dosimetric aspects of development, validation and routine control of a sterilization process for medical devices.
4. ГОСТ Р ИСО 11137-3-2008. Стерилизация медицинской продукции. Радиационная стерилизация. Часть 3. Руководство по вопросам дозиметрии. М.: Стандартинформ, 2009, 19 с.
5. ISO 14470:2011(E). Food irradiation – Requirements for the development, validation and routine control of the process of irradiation using ionizing radiation for the treatment of food.
6. ГОСТ ISO 14470–2014. Радиационная обработка пищевых продуктов. Требования к разработке, валидации и повседневному контролю процесса облучения пищевых продуктов ионизирующим излучением. М.: Стандартинформ, 2015. 27 с.
7. ISO/ASTM 51900:2009(E). Guide for dosimetry in radiation research on food and agricultural products.
8. ГОСТ ISO/ASTM 51900. Руководство по дозиметрии в радиационных исследованиях на пищевые и сельскохозяйственные продукты. М.: Стандартинформ, 2014. 27 с.
9. Обеспечение единства измерений в радиационных технологиях / Генералова В. В. [и др.] Менделеево, ВНИИФТРИ, 2007. 255 с.

REFERENCES

1. ISO 11137–1:2006 Sterilization of health care products – Radiation – Part 1: Requirements for development, validation and routine control of a sterilization process for medical devices.
2. GOST ISO 11137-1-2011 Sterilization of health care products – Radiation – Part 1: Requirements for development, validation and routine control of a sterilization process for medical devices. Standartinform, Moscow, 2013, 36 p. (In Russ.).
3. ISO 11137–3:2017 Sterilization of health care products – Radiation – Part 3: Guidance on dosimetric aspects of development, validation and routine control of a sterilization process for medical devices.
4. GOST R ISO 11137-3-2008 Sterilization of health care products – Radiation – Part 3: Guidance on dosimetric aspects. Standartinform, Moscow, 2009, 19 p. (In Russ.).
5. ISO 14470:2011 Food irradiation – Requirements for the development, validation and routine control of the process of irradiation using ionizing radiation for the treatment of food.
6. GOST ISO 14470–2014 Food irradiation – Requirements for the development, validation and routine control of the process of irradiation using ionizing radiation for the treatment of food. Standartinform, Moscow, 2015, 27 p. (In Russ.).
7. ISO/ASTM 51900:2009 Guide for dosimetry in radiation research on food and agricultural products.
8. GOST ISO/ASTM 51900 Guide for dosimetry in radiation research on food and agricultural products. Standartinform, Moscow, 2014, 37 p. (In Russ.).
9. Generalova V. V. et al. Ensuring the uniformity of measurements in radiation technologies. VNIIFTRI, Mendeleevo, 2007, 255 p. (In Russ.).

10. Государственный первичный специальный эталон единицы мощности поглощённой дозы интенсивного фотонного, электронного и бета- излучений для радиационных технологий ГЭТ 209-2014 / В. В. Алейкин, В. В. Генералова, А. А. Громов [и др.] // Менделеево, ВНИИФТРИ, Альманах современной метрологии 2015, № 5. С. 54–74.

11. Козьмина Г. В., Гераськина С. А., Санжаровой Н. И. Радиационные технологии в сельском хозяйстве и пищевой промышленности. Обнинск, 2005. 400 с.

12. Радиационные технологии в сельском хозяйстве и пищевой промышленности: состояние и перспективы: Сборник докладов. Междунар. научн.-практич. конф. Обнинск, 2018, 356 с.

10. Aleykin V. V., Generalova V. V., Gromov A. A., Gurskiy M. N., Zhanzhora A. P., Emelyanenko I. A., Kovalenko O. I., Tenishev V. P. State primary special measurement standard for the unit of absorbed dose rate of intense photon, electron and beta radiation for radiation technologies GET 209-2014. Almanac of modern metrology, VNIIFTRI, Mendeleevo. 2015, No. 5, pp. 54–74 (In Russ.).

11. Kozmin G. V., Geraskin S. A., Sanzharova N. I. Radiation Technologies in Agriculture and Food Industry. Obninsk, 2005, 400 p. (In Russ.).

12. Radiation Technologies in Agriculture and Food Industry: Current State and Prospects. Proceedings of the International Research and Practice Conference. Obninsk, 2018, 356 p. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Тенишев Владимир Петрович – канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник лаборатории технологической дозиметрии Всероссийского научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений (ФГУП «ВНИИФТРИ»).
Российская Федерация, 141570, Московская обл. Солнечногорский район, р. п. Менделеево, промзона «ВНИИФТРИ»
e-mail: tenishev@vniiftri.ru

Емельяненко Иван Александрович – младший научный сотрудник лаборатории технологической дозиметрии Всероссийского научно-исследовательского института физико-технических и радиотехнических измерений (ФГУП «ВНИИФТРИ»).
Российская Федерация, 141570, Московская обл. Солнечногорский район, р. п. Менделеево, промзона «ВНИИФТРИ»
e-mail: emelyanenko@vniiftri.ru

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Vladimir P. Tenishev – Ph. D. (Phys.-Math.), Senior Researcher, Laboratory of Technological Dosimetry All-Russian Scientific Research Institute of Physical Technical and Radio Technical Measurements (VNIIFTRI).
Moscow region, Mendeleevo, 141570, Russian Federation
e-mail: tenishev@vniiftri.ru

Ivan A. Emelyanenko – Junior Researcher, Laboratory of Technological Dosimetry All-Russian Scientific Research Institute of Physical Technical and Radio Technical Measurements (VNIIFTRI).
Moscow region, Mendeleevo, 141570, Russian Federation
e-mail: emelyanenko@vniiftri.ru

■ 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 2019

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 (Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 ноября 2018 г. № 2346, зарегистрирован в Министерстве юстиции Российской Федерации 8 февраля 2019 г. № 53732) и зарегистрированных в Госреестре СО. Сведения об утвержденных типах стандартных образцов представлены также в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (<https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry>). Дополнительная информация на СО может быть получена по запросу, направленному на e-mail: uniim@uniim.ru, gssso@gssso.ru.

ГСО 11299–2019 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ Д (СО-46)

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

СО может использоваться при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях средств измерений (СИ) в целях утверждения типа, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ, программах испытаний.

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

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – зольность (Ad), %; массовая доля серы общей, %; массовая доля фосфора, %; действительная плотность, г/см³.

Материал СО изготовлен из угля каменного марки Д (ГОСТ 25543–2013), отобранного на Моховском угольном разрезе Беловского района Кемеровской области (Кузбасс).

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

СО является аналогом ГСО 8437–2003 СО состава и свойств угля каменного марки Д (СО-23) по аттестованным характеристикам: зольность (Ad), %; массовая доля серы общей, %.

ГСО 11300–2019 СО СОСТАВА И СВОЙСТВ УГЛЯ КАМЕННОГО МАРКИ Ж (СО-47)

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

СО может использоваться при поверке, калибровке, градуировке, испытаниях СИ в целях утверждения типа, при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установлен-

ным в методиках поверки, калибровки, градуировки СИ, программах испытаний.

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

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – зольность (Ad), %; массовая доля серы общей, %; массовая доля фосфора, %; действительная плотность, г/см³.

Материал СО изготовлен из угля каменного марки Ж (ГОСТ 25543–2013), отобранного на Чертинском месторождении Ленинск-Кузнецкого района Кемеровской области (Кузбасс). СО представляет собой порошок с крупностью частиц не более 0,2 мм, расфасованный по 80 г в герметично закрывающиеся полиэтиленовые флаконы, на которые наклеены этикетки.

СО является аналогом ГСО 9027–2008 СО состава и свойств угля каменного марки Ж (СО-25) по аттестованным характеристикам: зольность (Ad), %; массовая доля серы общей, %.

ГСО 11301–2019/ГСО 11309–2019 СО СОСТАВА СПЛАВОВ АЛЮМИНИЕВЫХ ЛИТЕЙНЫХ (набор VSAC12)

СО предназначены для градуировки СИ, применяемых при определении состава сплавов алюминиевых литейных марок: АК12, АК13, АК9, АК9с, АК9ч, АК9пч, АК8л, АК7, АК7ч, АК7пч, АК5М, АК5Мч, АК5М2, АК6М2, АК8М, АК8М3, АК9М2, АК12М2, АМг10, АМг10ч (ГОСТ 1583–93) спектральными методами; аттестации методик измерений состава сплавов алюминиевых литейных.

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 алюминия марки А95 (ГОСТ 11069–2001) с введением примесей в виде двойных лигатур на основе алюминия. СО представляют собой цилиндры диаметром (55±5) мм или (45±5) мм, высотой (10–50) мм или стружку толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в индивидуальную упаковку с этикеткой, обеспечивающую сохранность при транспортировке. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. СО в виде стружки расфасованы минимальной массой

50 г в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе – 9.

ГСО 11310-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ НИТРАТОВ В СОКЕ ИЗ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли нитратов по $(\text{NO}_3)^-$ в соках из плодов и овощей, выполняемых по ГОСТ 29270–95, МУ МЗ СССР № 5048–89 и другим аттестованным методикам; аттестации методик измерений.

Область применения – пищевая промышленность.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля нитратов (в пересчете на нитрат-ион), $\text{млн}^{-1}(\text{мг/кг})$.

Материалом СО является осветленный натуральный сок из плодов или овощей (арбуз, дыня, кабачок, капуста, клубника (земляника садовая), морковь, огурцы, свекла, картофель, помидоры, тыква, яблоки, лук и др.), в который в необходимых случаях добавлен калий азотнокислый. Материал СО не содержит консервантов, хлоридов и искусственных красителей. СО расфасован не менее чем по 50 см^3 в герметично закрытые стеклянные флаконы с завинчивающимися крышками или не менее чем по 21 см^3 в стеклянные ампулы. Каждый экземпляр СО имеет этикетку.

ГСО 11311-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ В НЕФТИ (ВН-ТЦСМ)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли воды по ГОСТ 2477–2014; аттестации методик измерений.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля воды, %. Материалом СО является смесь нефти месторождений России. Материал СО расфасован не менее чем по 0,35 дм^3 в стеклянные бутылки. Бутылки с материалом СО плотно закрыты полиэтиленовыми пробками и закрывающимися пластмассовыми крышками, которые затем залиты парафином. Каждый экземпляр СО имеет этикетку.

ГСО 11312-2019 СО СОСТАВА БИОХИМИЧЕСКИХ АНАЛИТОВ В КРОВИ

СО предназначен для поверки, калибровки, градуировки биохимических анализаторов, 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** – медицинская промышленность, клинико-диагностические лаборатории лечебно-профилактических учреждений.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин.

Аттестованная характеристика СО – молярная концентрация аналита, ммоль/дм^3 (ммоль/л).

Материал СО представляет собой лиофилизированно высушенную суспензию в плазме донорской крови по ТУ 9398-015-94568735-2010, расфасованную во флаконы из темного стекла вместимостью 10 см^3 . Флаконы укупоривают резиновыми пробками по ТУ 38.006108–90 и закрывают полипропиленовыми винтовыми крышками по ОСТ 64-2-82-85. Флаконы упакованы в коробку из картона для потребительской тары по ГОСТ 7933–89Е. В комплект поставки входят четыре флакона, содержащие СО.

ГСО 11313-2019 СО СТАЛИ ЛЕГИРОВАННОЙ ТИПА 10Г2БД (ИСО УГ102)

СО предназначен для градуировки СИ при определении состава сталей (ГОСТ 19281–2014) спектральными методами, аттестации методик измерений.

СО может применяться для контроля точности результатов измерений при определении состава сталей (ГОСТ 19281–2014), для поверки (калибровки) СИ при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки (калибровки) соответствующих СИ.

Область применения – металлургия, машиностроение.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент, сравнение со стандартным образцом.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО приготовлен из стали легированной типа 10Г2БД в виде монолитных экземпляров цилиндрической формы диаметром (38–42) мм, высотой (23–27) мм (ГОСТ 7565–81, ГОСТ Р ИСО 14284–2009).

ГСО 11314-2019 СО МАССОВОЙ ДОЛИ ГАЗОВЫХ СОСТАВЛЯЮЩИХ (УГЛЕРОДА) В ТИТАНЕ

СО предназначен для аттестации методик (методов) измерений содержания углерода в титане, контроля точности результатов измерений содержания углерода в титане, проведения испытаний средств измерений (СИ) в целях утверждения типа, калибровки и поверки СИ.

Область применения – цветная металлургия.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля углерода, %.

Материал СО представляет собой особо чистый титан 99,99 % в виде стружки, расфасованной массой 1,8 г в пластиковые флаконы с этикеткой вместимостью 5 см³.

ГСО 11315–2019 СО УГЛЕВОДОРОДНОГО СОСТАВА БЕНЗИНА (СО УСБ-ПА)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений углеводородного состава бензинов и средних дистиллятов по ГОСТ Р 52063–2003, ГОСТ Р 52714–2007 (метод Б), ГОСТ 31872–2012, ГОСТ 32507–2013 (метод Б).

СО может применяться для поверки и калибровки СИ объемной доли углеводородов в бензинах и средних дистиллятах при условии соответствия его метрологических характеристик требованиям методик поверки и калибровки.

Область применения – нефтехимическая, нефтеперерабатывающая, химическая промышленность.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – объемная доля ароматических, олефиновых, н-парафиновых, изопарафиновых и нафтеновых углеводородов, %.

СО представляет собой стабилизированный бензин неэтилированный марки Премиум-95 (вид I) по ГОСТ Р 51866–2002, расфасованный в стеклянную ампулу с этикеткой, объем материала в ампуле 2 см³ или 5 см³, либо в стеклянный флакон с этикеткой, объем материала во флаконе 50 см³ или 100 см³.

ГСО 11316–2019 СО ПЕРМАНГАНАТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ ВОДЫ (ПО-ЭК)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений перманганатной окисляемости природной, сточной и питьевой вод по ГОСТ 23268.12–78, ГОСТ Р 55684–2013 (ИСО 8467:1993), ПНД Ф 14.1.2.4.154–99, аттестации методик измерений перманганатной окисляемости воды.

СО может применяться для поверки, калибровки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки соответствующих СИ.

Область применения – санэпиднадзор, охрана окружающей среды, гидрометеорология.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – перманганатная окисляемость (расход кислорода в мг на окисление 1 см³ СО), мг/см³.

СО представляет собой раствор натрия щавелевокислого в бидистиллированной воде, расфасованный объемом не менее 5 см³ в запаянные стеклянные ампулы.

ГСО 11317–2019 СО СОСТАВА КОНЦЕНТРАТА МЕДНОГО РУДЫ МЕДНО-ЦИНКОВОЙ НОВО-ШЕМУРСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ (СО КМ 12-27/1)

СО предназначен для аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений состава концентрата медного, в том числе по ГОСТ 33206–2014, ГОСТ 33208–2014, ГОСТ 33209–2014, ГОСТ 33210–2014, ГОСТ 32221–2013, ГОСТ 34247–2017, ГОСТ Р 56856–2016, ГОСТ Р 56857–2016, ГОСТ Р 56858–2016.

СО может применяться для поверки, калибровки СИ при условии соответствия его метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки, калибровки соответствующих СИ, для градуировки СИ совместно с другими СО состава концентрата медного.

Область применения – геология, цветная металлургия, горнодобывающая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля компонентов, %.

Материал СО представляет собой порошок концентрата медного, крупностью не более 0,08 мм, полученного при обогащении медно-цинковой руды Ново-Шемурского месторождения, расфасованный по 100 г в пластмассовые банки с плотно закручивающимися крышками, снабженные этикетками.

ГСО 11318–2019 СО СОСТАВА ОКСИДА КОБАЛЬТА (комплект КЭС)

СО предназначены для градуировки СИ при определении состава кобальта марок К0, К1Ау, К1А (ГОСТ 123–2018) и марок NORILSK PRIME, NORILSK I, NORILSK II, NORILSK III (ТУ 24.45.30–231–48200234–2017) спектральными методами по ГОСТ 8776–2010 и аттестованными методиками измерений; аттестации методик измерений.

СО могут применяться для контроля точности результатов измерений при соотношении погрешностей аттестованных значений СО и погрешности методики измерений не более 1:3.

Область применения – цветная металлургия.

Способ аттестации – расчетно-экспериментальный.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов к кобальту, %.

СО представляют собой синтезированные смеси оксидов кобальта и элементов-примесей в виде порошков крупностью около 0,1 мм, расфасованные массой 50 г в пластиковые банки с этикеткой. Количество СО в комплекте — 5.

ГСО 11319-2019/ГСО 11324-2019 СО СОСТАВА БРОНЗ ОЛОВЯННЫХ (набор VSB 2.2)

СО предназначены для градуировки СИ, аттестации методик измерений, применяемых при определении состава бронз оловянных марок БрОФ8–0,3, БрОФ7–0,2, БрОФ6,5–0,4, БрОФ6,5–0,15, БрОФ4–0,25 (ГОСТ 5017–2006) спектральными, физическими и химическими методами.

СО могут быть использованы при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, контроле точности результатов измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний и методиках измерений.

Область применения — цветная металлургия.

Способ аттестации — межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО — массовая доля элементов, %.

Материал СО изготовлен методом плавления из меди марки М00 (ГОСТ 859–2014) с массовой долей меди не менее 99,99% и олова марки О1 (ГОСТ 860–75) с массовой долей олова не менее 99,9% с введением примесей в виде двойных лигатур на основе меди. СО изготовлены в виде цилиндров диаметром (45 ± 3) мм, высотой (10–50) мм или стружки толщиной (0,1–0,5) мм. СО в виде цилиндров упакованы в индивидуальную упаковку с этикеткой, обеспечивающую сохранность при транспортировке. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. СО в виде стружки расфасованы минимальной массой 50 г в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе — 6.

ГСО 11325-2019/ГСО 11336-2019 СО СОСТАВА МЕДИ (набор VSM04)

СО предназначены для градуировки СИ, аттестации методик измерений, применяемых при определении состава меди марок М00к, М0к, М1к, М00б, М0б, М00, М0 (ГОСТ 859–2014) спектральными, физическими и химическими методами анализа.

СО могут быть использованы при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, контроле точности результатов измерений при условии соответствия их метрологических и технических характеристик

критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний и методиках измерений.

Область применения — цветная металлургия.

Способ аттестации — межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО — массовая доля элементов, %.

Материал СО изготовлен методом плавления из меди марки М00б (ГОСТ 859–2014) с массовой долей меди не менее 99,99% с введением примесей в виде двойных лигатур на основе меди. СО изготовлены в виде дисков диаметром (45 ± 5) мм, высотой (10–50) мм или стружки толщиной (0,2–0,4) мм. СО в виде цилиндров упакованы в пластмассовую тару, на которую наклеена этикетка. На нерабочей поверхности каждого цилиндра выбит индекс экземпляра СО. СО в виде стружки минимальной массой 50 г расфасованы в полиэтиленовые пакеты или банки, на которые наклеены этикетки. Количество типов СО в наборе — 12.

ГСО 11337-2019 СО СОСТАВА ЦИСТИНА

СО предназначен для калибровки, градуировки СИ, аттестации методик измерений и контроля точности результатов измерений массовой доли углерода, водорода, азота и серы, полученных методом сжигания с последующим количественным определением путем ИК-спектроскопии или сравнения теплопроводностей газов; массовой доли азота, полученной методом Кьельдаля.

СО может применяться для поверки СИ, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения — химическая, фармацевтическая, пищевая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации — использование государственных эталонов единиц величин, межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО — массовая доля углерода, водорода, азота, серы, %.

Материалом СО является белый кристаллический порошок цистина, расфасованный по 5 г в стеклянный флакон с уплотнительной крышкой, снабженный этикеткой и помещенный в коробку.

ГСО 11338-2019/ГСО 11339-2019 СО СОСТАВА КРАХМАЛА (набор КР-1 СО УНИИМ)

СО предназначены для калибровки, градуировки СИ массовой доли влаги и золы в крахмале и крахмалопродуктах, аттестации методик измерений и контроля

точности результатов измерений массовой доли влаги и золы в крахмале и крахмалопродуктах.

СО может применяться для поверки СИ, применяемых при определении состава крахмала и крахмалопродуктов, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля; контроля метрологических характеристик СИ при их испытаниях, в том числе в целях утверждения типа.

Область применения – пищевая, химическая, фармацевтическая промышленность, научные исследования.

Способ аттестации – использование государственных эталонов единиц величин, применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля влаги и золы, %.

Материал СО представляет собой крахмал в виде однородного сыпучего белого или слегка желтоватого порошка (СО КР-1–1 – крахмал кукурузный по ГОСТ 32159–2013; СО КР-1–2 – крахмал картофельный по ГОСТ Р 53876–2010), расфасованный в двойные герметичные полиэтиленовые или металлизированные пакеты с этикеткой; масса СО составляет от 50 г до 150 г; количество типов в наборе – 2.

ГСО 11340–2019 СО СОСТАВА ЗОЛОТА 99,5 (СО Зл 99,5)

СО предназначен для аттестации методик измерений, применяемых при определении состава золота; контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении состава золота.

СО может быть использован при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа, при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО представляет собой сплав золота марки ЗлА-1 (ГОСТ 28058–2015) с массовой долей основного компонента не менее 99,99 % и элементов-примесей. СО изготовлен в виде стружки крупностью не более 1 мм и расфасован в полиэтиленовые банки с закручивающимися крышками массой не менее 10 г, на которые наклеены этикетки.

ГСО 11341–2019 СО СОСТАВА ОТРАБОТАННОГО АВТОМОБИЛЬНОГО НЕЙТРАЛИЗАТОРА (СО АН-1)

СО предназначен для аттестации методик измерений, применяемых при определении платины, палладия и родия в отработанных автомобильных нейтрализаторах; контроля точности результатов измерений, выполненных по методикам измерений при определении платины, палладия и родия в отработанных автомобильных нейтрализаторах; СО может быть использован при поверке СИ, испытаниях СИ и СО в целях утверждения типа при условии соответствия их метрологических и технических характеристик критериям, установленным в методиках поверки СИ, программах испытаний, а также для других видов метрологического контроля при соответствии метрологических характеристик СО требованиям процедур метрологического контроля.

Область применения – цветная металлургия.

Способ аттестации – межлабораторный эксперимент.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля элементов, %.

Материал СО изготовлен на ОАО «Красцветмет» из отработанного автомобильного нейтрализатора (партия ВА010589–1, проба Е 8458в). СО представляет собой порошок, крупностью не более 0,1 мм, расфасованный в полиэтиленовые банки с закручивающимися крышками массой не менее 50,0 г, на которые наклеены этикетки.

ГСО 11342–2019 СО состава руды вольфрамовой месторождения «Верхнее Кайрактинское» (РВСК-1)

СО предназначен для контроля точности результатов измерений массовой доли оксида вольфрама (VI) рентгенофлуоресцентным, фотометрическим, атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методами; массовой доли висмута, молибдена и меди рентгенофлуоресцентным, атомно-абсорбционным и атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методами; аттестации (валидации) методик измерений; калибровки СИ, градуировки СИ совместно с другими СО состава руды вольфрамовой.

Область применения – геология, цветная металлургия, научные исследования.

Способ аттестации – применение аттестованных методик измерений.

Аттестованная характеристика СО – массовая доля оксида вольфрама (VI), висмута, молибдена, меди, %. Материал СО представляет собой порошок руды вольфрамовой месторождения «Верхнее Кайрактинское» (Республика Казахстан), крупностью не более 0,1 мм, расфасованный по 100 г в полиэтиленовые банки с плотными закручивающимися крышками, а также этикетками.

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 2019 г., представлены в табл. 1.

Таблица 1. Стандартные образцы, срок действия свидетельств которых продлен

Номер ГСО в Госреестре СО	Наименование стандартного образца утвержденного типа	Производство СО
<i>Приказ Росстандарта от 10 апреля 2019 г. № 794</i>		
ГСО 9285–2009	СО общей щёлочности воды	серийное
ГСО 9329–2009	СО состава раствора бромид-ионов	серийное
ГСО 10445–2014	СО состава раствора ионов кремния (КР-2)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 12 апреля 2019 г. № 809</i>		
ГСО 10448–2014	СО минерального состава воды природной (МСВ NH ₄)	серийное
ГСО 10449–2014	СО нанопористого оксида алюминия (Al ₂ O ₃ СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 19 апреля 2019 г. № 840</i>		
ГСО 7485–98	СО состава нефти (ССН-1)	серийное
ГСО 7486–98	СО состава и свойств нефти (ССН-2)	серийное
ГСО 7487–98	СО давления насыщенных паров нефти (ССН-3)	серийное
ГСО 8546–2004	СО фракционного состава нефти (ФС-ТЦСМ)	серийное
ГСО 8547–2004	СО массовой доли парафина в нефти (МДПН-ТЦСМ)	серийное

<i>Приказ Росстандарта от 22 апреля 2019 г. № 905</i>		
ГСО 10450–2014	СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na ₂ CO ₃ СО УНИИМ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 22 апреля 2019 г. № 908</i>		
ГСО 10444–2014	СО объемной доли диагностических газов, растворенных в трансформаторном масле (АРГ-Тр-КН)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 апреля 2019 г. № 1040</i>		
ГСО 8156–2002	СО плотности (нефть, нефтепродукты) (ПЛ-1)	серийное
ГСО 8157–2002	СО плотности (нефть, нефтепродукты) (ПЛ-2)	серийное
ГСО 8158–2002	СО плотности (нефть, нефтепродукты) (ПЛ-3)	серийное
ГСО 8913–2007	СО массовой доли воды (нефтепродукты) (ВМКТ-1)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 29 апреля 2019 г. № 1044</i>		
ГСО 8578–2004	СО состава раствора анионных поверхностно-активных веществ (ПАВ)	серийное
<i>Приказ Росстандарта от 30 мая 2019 г. № 1201</i>		
ГСО 153–93П	СО известняка флюсового типа Ф-1 (Ш10)	серийное
ГСО 847–93П	СО стали легированной типа 12Х18Н9Т (С38)	серийное
ГСО 887–91П	СО стали легированной типа 15Х5ВФ (С23)	серийное
ГСО 950–93П	СО стали легированной типа 09Х16Н4Б (С34)	серийное
ГСО 1193–93П	СО стали легированной типа 12Х18Н10Е (С39)	серийное
ГСО 1367–92П	СО стали легированной типа 7Х3 (С25)	серийное
ГСО 1556–92П	СО стали углеродистой типа 18ЮА (С5)	серийное
ГСО 1632–93П	СО стали углеродистой типа Ст5сп (С7)	серийное
ГСО 1637–93П	СО стали легированной типа 10Х14АГ15 (С36)	серийное

В следующих номерах журнала будет продолжена публикация сведений о вновь утвержденных типах стандартных образцов и стандартных образцах, срок действия свидетельств которых продлен в соответствии с принятыми Росстандартом решениями.

ИНФОРМАЦИЯ ДЛЯ АВТОРОВ И ЧИТАТЕЛЕЙ

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.



INFORMATION FOR AUTHORS AND READERS OF THE JOURNAL

«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.



ПРАВИЛА ДЛЯ АВТОРОВ

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:

- 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 конец рукописи рекомендуется включить примечание, в котором разъясняется фактический вклад каждого соавтора в выполненную работу. Приводится на русском и английском языках.

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

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

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

Правила рецензирования статьи

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

Политика редакции

Политика редакционной коллегии журнала базируется на современных юридических требованиях в отношении клеветы, авторского права, законности и плагиата, поддерживает Кодекс этики научных публикаций, сформулированный Комитетом по этике научных публикаций, и строится с учетом этических норм работы редакторов и издателей, закрепленных в Кодексе поведения и руководящих принципах наилучшей практики для редактора журнала и Кодексе поведения для издателя журнала, разработанных Комитетом по публикационной этике (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», 2019

INFORMATION FOR AUTHORS

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

2) Literature review. It is necessary to describe the principal (most recent) studies and publications relied upon by the author;

modern views on the issue; difficulties in the development of the subject; the allotment of the outstanding issues within the general problem of the article.

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

4) Results. This is the main section, which aims to prove a working hypothesis (or hypotheses) by analysis, synthesis

and data clarification. The study results should be presented briefly, but at the same time contain enough information for the evaluation of conclusions made by the author. The choice of these data should be justified as well. All titles, signatures, and structural elements of graphs, tables, charts etc. should be in Russian and in English.

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

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

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

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

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

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

10. Affiliation of authors. Full name, academic title, position held, the name of the organization(s), the address of the organization(s) (all

the places where the author's study was conducted are to be indicated (permanent place, place where the project took place, etc.)), ORCID ID, e-mail, phone number, postal address for delivery of the author's copy. This information is to be provided in Russian and English.

Paper review rules

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

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

Editorial Staff policy

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

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

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

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

Executive Secretary – Natalia S. Taraeva,
tel.: +7 (343) 350-72-42,
e-mail: taraeva@uniim.ru, uniim@uniim.ru
www.rmjournal.ru
© «Reference Materials», 2019

the 1990s, the number of people in the UK who are aged 65 and over has increased by 1.5 million, and the number of people aged 75 and over has increased by 1.1 million (Office for National Statistics 2000). The number of people aged 65 and over is projected to increase to 6.5 million by 2020, and the number of people aged 75 and over to 4.5 million (Office for National Statistics 2000).

There is a growing awareness of the need to develop strategies to meet the needs of the ageing population. The Department of Health (1999) has published a strategy for ageing, which sets out the government's commitment to improve the lives of older people. The strategy is based on three main principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives.

The strategy is based on the following assumptions: (1) that older people are a diverse group with different needs and interests; (2) that older people are able to live independently and actively; (3) that older people are able to access the services and support they need; and (4) that older people are able to participate in the decisions that affect their lives. The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives.

The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives. The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives.

The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives. The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives.

The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives. The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives.

The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives. The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives.

The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives. The strategy is based on the following principles: (1) to ensure that older people are able to live independently and actively; (2) to ensure that older people are able to access the services and support they need; and (3) to ensure that older people are able to participate in the decisions that affect their lives.

